

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

ODSTŘEDIVÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ
NANOVLÁKEN

CENTRIFUGAL SPINNING OF NANOFIBERS

LIBEREC 2013

LENKA BLAŽKOVÁ

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní

Akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Lenka Blažková**
Osobní číslo: **T11000001**
Studijní program: **N3106 Textilní inženýrství**
Studijní obor: **Textilní materiálové inženýrství**
Název tématu: **Odstředivé zvlákňování nanovláken**
Zadávající katedra: **Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se s principy tvorby polymerních nanovláken
2. Podrobně prostudujte literaturou zaměřenou na odstředivé zvlákňování a vypracujte na dané téma rešerši
3. Navrhněte vhodné základní materiály a zařízení pro odstředivé zvlákňování a toto zařízení realizujte
4. Připravte sérii polymerních roztoků, zvlákněte je a analyzujte strukturní charakteristiky produktů
5. Vyvoďte závěry a diskutujte výsledky

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

- 1) Mellado, P., et al.: A simple model for nanofiber formation by rotary jet-spinning, Applied Physics Letters, Vol.99, 203107 (2011)
- 2) Weitz, R., T., et al.: Polymer Nanofibers via Nozzle-Free Centrifugal Spinning, Nano Letters, Vol.8, No.4, pg. 1187-1191 (2008)
- 3) Engström J., Hagström, B.: Centrifugal spinning of nanofiber webs - A parameter study of a novel spinning process, The Nordic Textile Journal, Special Edition Fashion & Clothing, p. 82-91 (2009)


Vedoucí diplomové práce:

Ing. Eva Košťáková, Ph.D.


Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání diplomové práce: **1. listopadu 2012**

Termín odevzdání diplomové práce: **27. května 2013**


Ing. Jana Drašarová, Ph.D.
děkanka




prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 1. listopadu 2012

P r o h l á š e n í

Byl(a) jsem seznámen(a) s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval(a) samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěla poděkovat všem, kteří se nějakým způsobem podíleli na zpracování této diplomové práce. Poděkovat bych chtěla zejména Ing. Evě Košťákové, Ph.D. za odborné konzultování a vedení celé diplomové práce. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Pavlu Pokornému, Ph.D. a společnosti Pardam s.r.o. za pomoc s experimentální částí práce.

ABSTRAKT

Diplomová práce pojednává o produkci vláken a nanovláken technologií odstředivého zvlákňování. V teoretické části je popsán princip technologie a také jsou uvedeny různé typy zařízení pro odstředivé a elektro-odstředivé zvlákňování. V práci jsou uvedeny materiály, které se již podařilo tímto způsobem zvláknit. Pro experiment je použit polymerní roztok polyvinylbutyralu v ethanolu, který je zvlákňován elektrostaticky z volné hladiny a odstředivě při různých obvodových rychlostech na laboratorním a speciálním zařízení. Během experimentu je sledován vliv základních parametrů (koncentrace polymeru, rychlost zvlákňování) na kvalitu vyrobených vláken. U vláken jsou sledovány zejména jejich průměry a pak defekty, ke kterým při odstředivém zvlákňování dochází.

KLÍČOVÁ SLOVA

Odstředivé zvlákňování, elektrostatické zvlákňování, polyvinylbutyral, polymerní roztok, nanovlákná, obvodová rychlost, koncentrace polymeru.

ABSTRACT

The diploma thesis focuses on the production of fibres and nanofibres by technology of centrifugal spinning (forcespinning). The theoretical part describes principle of technology and different types of machines for centrifugal and electrocentrifugal spinning. In the thesis, there is also list of materials which were succesfully spun by this way. For experiment, polymer solution of polyvinyl butyral is used and it is dissolved in ethanol. This polymer solution is spun by free surface needle-less electrospinning and by centrifugal spinning on a laboratory device and on a special machine. It is observed influence of basic parametres (polymer concentration, spinning velocity) on the quality of fibers. The observed parametres include diameters of fibers and defects which occur.

KEY WORDS

Centrifugal spinning, forcespinning, electrospinning, polyvinyl butyral, polymer solution, nanofibres, peripheral velocity, polymer concentration.

Seznam zkratek

ABS	akrylonitril-butadien-styren	odst.	odstředivě
BEH	2,5bis(2'-ethyl-hexyl)	ot.	otáčky
cm	centimetr	ω	úhlová rychlost
d	průměr	PA	polyamid
el.-odst.	elektro-odstředivě	PA6	polyamid6
FT	Fakulta textilní	PAN	polyakrylonitril
hm.	hmotnostní	Pa	pascal
IS	interval spolehlivosti	PCL	polykaprolakton
IS dolní	dolní mez intervalu spolehlivosti	PEO	polyethylenoxid
IS horní	horní mez intervalu spolehlivosti	PLA	kyselina polymléčná
KNT	Katedra netkaných textilií	PMMA	polymethylmetakrylát
kV	kilovolt	PP	polypropylen
m	metr	PPV	phenilenvynil
max	maximum	PS	polystyren
min	minimum	PVB	polyvinylbutyral
ml	mililitr	PVDF	polyvynilidenfluorid
mm	milimetr	PVP	polyvinilpyrolidon
μm	mikrometr	RH	relativní vlhkost
Mol. hmot.	molekulová hmotnost	RJS	Rotary jet system
mN	milinewton	R – T	Rayleigh – Taylor
n	počet otáček	s	směrodatná odchylka
n	počet	s	sekunda
n_{jd}	dolní mez	v	rychlost
n_{jh}	horní mez	\bar{x}	průměr
nm	nanometr	SEM	elektronový mikroskop
Ob. rych.	obvodová rychlost	$^{\circ}\text{C}$	stupeň Celsia

Obsah

Seznam zkratk.....	7
Obsah	8
1 Úvod.....	10
2 Odstředivé zvlákňování a výroba nanovláken.....	11
2.1 Výroba nanovláken	11
2.2 Odstředivé zvlákňování	11
2.2.1 Technologie odstředivého zvlákňování	12
2.2.2 Zařízení pro odstředivé zvlákňování.....	13
2.2.2.1 Odstředivé zvlákňování z trysek.....	14
2.2.2.2 Odstředivé zvlákňování bez trysek	21
2.2.2.3 Elektro-odstředivé zvlákňování	24
2.2.3 Parametry ovlivňující odstředivé zvlákňování	27
2.2.4 Defekty u odstředivého zvlákňování	28
2.2.5 Materiály vhodné pro zvlákňování	30
2.3 Elektrostatické zvlákňování (electrospinning).....	32
3 Experiment.....	33
3.1 Polymerní roztoky.....	33
3.1.1 Příprava polymerních roztoků	33
3.1.2 Povrchové napětí polymerních roztoků	35
3.1.3 Viskozita polymerních roztoků.....	35
3.2 Odstředivé zvlákňování	35
3.2.1 Odstředivé zvlákňování ve společnosti Pardam	38
3.3 Elektrostatické zvlákňování.....	39
3.4 Obrazová analýza.....	39
4 Výsledky a diskuze	40
4.1 Polymerní roztoky.....	40
4.2 Odstředivé zvlákňování	42
4.2.1 Odstředivé zvlákňování na laboratorním zařízení	42
4.2.1.1 Orientační zvlákňování.....	42
4.2.1.2 Zvlákňování při vyšších obvodových rychlostech.....	44
4.2.1.3 Průměry vláken – Mowital B 60 H.....	47
4.2.1.4 Průměry vláken Mowital B 60 T	49

4.2.2	Odstředivé zvlákňování na zařízení FiberLab L1000.....	51
4.2.2.1	Průměry vláken vyrobených odstředivým zvlákňováním	53
4.3	Elektrostatické zvlákňování.....	54
4.3.1	Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování	55
4.4	Střední hodnoty průměrů vláken zvlákňovaných různými způsoby.....	57
4.5	Morfologie vyrobených vláken.....	59
5	Závěr	65
6	Seznam literatury	67
	Seznam obrázků	69
	Seznam tabulek	71
	Seznam grafů	72
	Příloha.....	73

1 Úvod

V diplomové práci je popsán jeden ze způsobů výroby vláken, a to odstředivé zvlákňování (forcespinning/ centrifugal spinning). Technologie odstředivého zvlákňování umožňuje vyrábět vlákna řádově o rozměrech nanometrů až mikrometrů. Pro výzkumné i průmyslové účely je v současnosti vyvíjena řada zařízení, která pracují na přibližně stejném principu, a to působení odstředivých sil. U některých přístrojů se využívá ještě působení elektrostatických sil, za účelem dosažení usměrněnější vláknenné vrstvy.

Cílem diplomové práce je vyzkoušení odstředivého zvlákňování na velmi jednoduchém laboratorním zařízení vyvinutém na katedře netkaných textilií fakulty textilní na Technické univerzitě v Liberci a také zjištění, jaké parametry ovlivňují kvalitu zvlákňování. V teoretické části práce budou věnovány kapitoly také již existujícím zařízením pro odstředivé a elektro-odstředivé zvlákňování a polymerním materiálům, které se na nich podařilo úspěšně zvláknit.

K experimentu bude použit polymerní roztok z polyvinylbutyralu a ethanolu. Důvodem jeho použití je zejména snadná manipulace, kdy není vyžadována pro práci digestoř a mimo jiné i dostupnost polymeru. V rámci experimentu budou namíchány roztoky s různými koncentracemi, které budou zvlákněny jednak na laboratorním zařízení při různých rychlostech a také na speciálním zařízení Cyclone L – 1000 M ve společnosti Pardam, s.r.o. Pro porovnání rozměrů a morfologie vláken budou roztoky zvlákněny ještě elektrostatickým způsobem.

Výstupem by mělo být zjištění, jaké parametry zásadním způsobem ovlivňují vznik vláken a defektů (perličky) a také, zda je možné i na velmi jednoduchém laboratorním zařízení vyrobit vlákna podobná vláknům vytvořeným na speciálním přístroji.

2 Odstředivé zvlákňování a výroba nanovláken

V kapitole je pojednáno o technologii odstředivého zvlákňování, o různých typech zařízení a také o materiálech, které se již podařilo zvláknit. Součástí je i kapitola věnovaná základním parametrům, které mají vliv na celý zvlákňovací proces.

2.1 Výroba nanovláken

Pro nanovlákně je typické, že jeden z jeho rozměrů – šířka (průměr) dosahuje nižší velikosti než $1\ \mu\text{m}$. Mezi největší výhody nanovláken patří to, že mají obrovský měrný povrch a porozitu. Díky tomu mohou materiály tohoto typu nalézt uplatnění v řadě aplikací, zejména se jedná o filtrace, zdravotnictví, obalové materiály pro potraviny, nebo mohou být využívány při přeměně a úschově energie.

Vlákna a nanovlákna je možné vyrábět různými způsoby. Historicky prvním bylo zvlákňování z taveniny polymeru, v současnosti se do této skupiny řadí např. technologie meltblown či spunbond. Obecně umožňují technologie zvlákňování z taveniny polymeru dosahovat rozměrů větších než $10\ \mu\text{m}$ [1]. Další možností je elektrostatické zvlákňování, což je zatím nejběžnější způsob, který lze uplatnit i v průmyslovém měřítku. Tažením z kapky (drawing) lze při vhodných parametrech kapaliny dosáhnout vláken v submikronových průměrech [2]. Existují i další metody, jako je např. electroblowing a nebo centrifugal spinning. Tato diplomová práce bude pojednávat o poslední zmíněné technologii, tj. o odstředivém zvlákňování.

2.2 Odstředivé zvlákňování

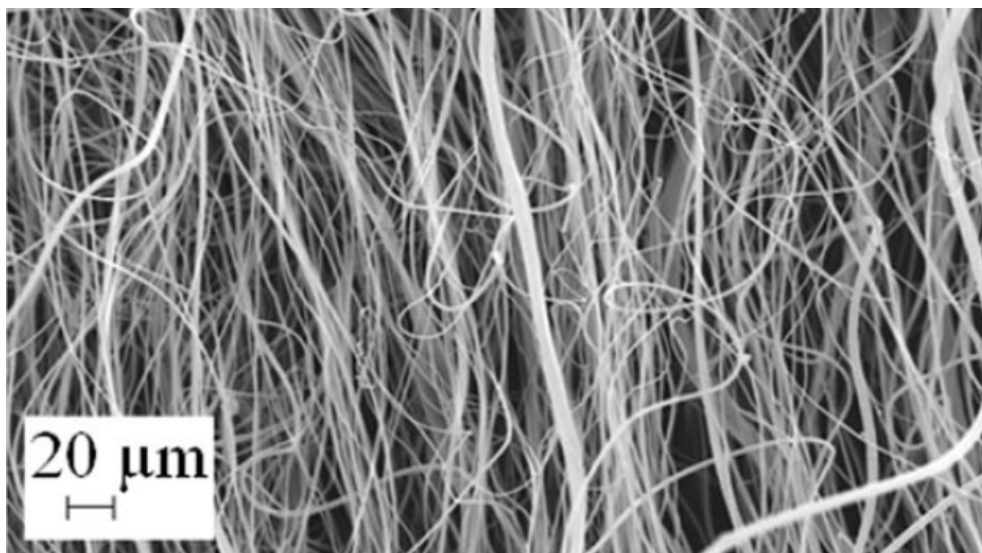
Až doposud byla nanovlákna vyráběna nejčastěji technologiemi elektrostatického zvlákňování (electrospinning), případně technologií meltblown (rozfukováním taveniny). Na Texaské univerzitě byla vyvinuta technologie, využívající k tvorbě nanovláken především odstředivé síly. Podle těchto sil je odvozen i název technologie, a to odstředivé zvlákňování (forcespinning/ centrifugal spinning).

Nová technologie umožňuje vyrábět nanovlákná jak z roztoků polymerů, tak z tavenin [2]. Dokonce je možné v určitých případech považovat odstředivé zvlákňování za ekonomičtější oproti dosud používaným způsobům výroby nanovláken. Hlavní úspora je v tom, že forcespinning nevyžaduje takové množství rozpouštědla, a dokonce, v některých případech, není zapotřebí vůbec žádné rozpouštědlo. Na rozdíl od technologie meltblown, forcespinning nevyžaduje žádné horkovzdušné trysky, které by vlákna rozfukovaly do nanometrových velikostí [3]. To představuje další úsporu. Technologie odstředivého zvlákňování umožňuje produkovat nekonečně dlouhá vlákna o velikostech průměrů menších i než 45 nm [4]. Střední hodnoty velikosti průměrů vláken vyrobených tímto způsobem se nachází pod 500 nm [4].

2.2.1 Technologie odstředivého zvlákňování

Hlavní princip odstředivého zvlákňování spočívá v dávkování polymerního materiálu, ať už se jedná o roztok a nebo taveninu, do zásobníku zvlákňovacího zařízení – spinnerety. K vlastnímu zvlákňování dochází během rotování spinnerety, kdy prostřednictvím působení odstředivých sil dochází k dlužení vláken a jejich zachytávání na kolektor. Na rozdíl od elektrostatického zvlákňování není zapotřebí vysoké elektrické napětí a lze používat i materiály, které se nedařilo zvláknit elektrostaticky (materiály s nízkou dielektrickou konstantou [5]). Již se podařilo odstředivým zvlákňováním vyrobit např. nanovlákná z polyethylenoxidu (PEO), kyseliny polymléčné (PLA), bizmutu, polypropylenu (PP), polystyrenu (PS), polyamidu (PA), polykaprolaktonu (PCL), akrylonitril-butadien-styrenu (ABS), polyvinylpyrolidonu (PVP), aj [6].

Při odstředivém zvlákňování vznikají nanovlákná různých rozměrů s velkým rozptylem v hodnotách průměrů (viz obr. č. 1) a také dochází k tvorbě polymerních kapiček - perliček.



Obr. č. 1 – Ukázka vláken z PVDF vyrobených odstředivým zvlákňováním. Vlákná jsou vyrobena na zařízení Cyclone Fiber System od americké společnosti Fiberio. Z obrázku je patrná variabilita v rozměrech průměrů vláken. Převzato z [5].

Vznik a rozměry vláken jsou při odstředivém zvlákňování závislé na několika parametrech. Jedná se především o rychlost otáčení spinnerety, koncentraci polymerního materiálu, rozměru trysek - pokud jsou součástí zařízení pro odstředivé zvlákňování, jinak závisí na velikosti aparátu pro zvlákňování (tj. průměru válečku pro zvlákňování). Dalším důležitým parametrem je vzdálenost kolektorů (spacerů) určených pro sběr vytvořených vláken [7]. Produkce vláken při odstředivém zvlákňování je obvykle vyšší než u laboratorního elektrostatického zvlákňování.

2.2.2 Zařízení pro odstředivé zvlákňování

U technologie odstředivého zvlákňování se můžeme setkat s různými typy zařízení, která pracují přibližně na podobném principu. Můžeme se setkat i se zařízeními, která k tvorbě nanovláken využívají elektrostatické a odstředivé síly zároveň – tzv. electrocentrifugal spinning. Schématicky lze jednotlivá zařízení setřídít dle přístupu jednotlivých významných institucí a firem, které v této oblasti pracují, do následujícího systému.

Způsoby zvlákňování:

1. Odstředivé zvlákňování (forcespinning/ centrifugal spinning)
 - Zvlákňování z trysek - Cyclone, perforovaný zásobník (Rotary Jet System) - Americký fyzikální institut

- Zvlákňování bez trysek - Max Planck Institute – Stuttgart, laboratorní zařízení na KNT FT TUL

2. Elektro-odstředivé zvlákňování (elektrocentrifugal spinning)

- ISF Swerea
- Isfahan University of Technology

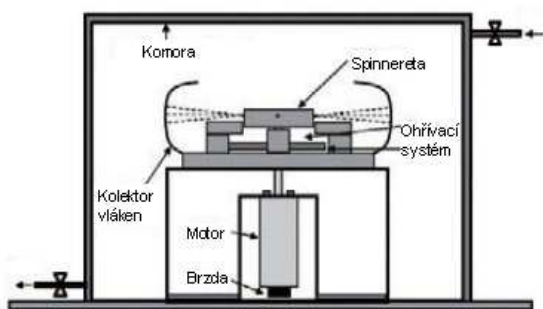
2.2.2.1 Odstředivé zvlákňování z trysek

Cyclone

Americká společnost FibeRio vyvinula ve spolupráci s Texaskou univerzitou prototyp zařízení Cyclone ve dvou provedeních, pro laboratorní účely zařízení s novým označením FiberLab L1000 a výrobní zařízení Fiber Engine FS1100. Na obr. č. 2 je zobrazeno schéma přístroje pro výrobu nanovláken pomocí technologie odstředivého zvlákňování a fotografie prototypu laboratorního zařízení FiberLab L1000. Zvlákňovací zařízení (spinneret) je složeno z trysek napojených na jehly a malého zásobníku, který obsahuje zvlákňovaný materiál, tím je buď polymerní roztok a nebo tavenina. Spinnereta je napojena na motorové vřeteno a rotuje při vysokých otáčkách. Vlákná mohou být vyráběna z roztoku a nebo z taveniny polymeru (melt-spinning), v tomto případě se na spinneretu nasadí zařízení, kterým je dodáváno teplo a tím dochází k roztavení polymeru umístěného ve spinneretě [4]. Polymer je vlivem rotace vystřikován po obvodu zařízení a na sběrném kolektoru (spacer) se zachytávají vlákna [4].

Technické údaje o zařízení FiberLab L 1000:

- Objem zásobníku spinnerety *2 ml*
- Průměr jehly *250 μm*
- Průměr kolektoru *12 palců (30,48 cm)*

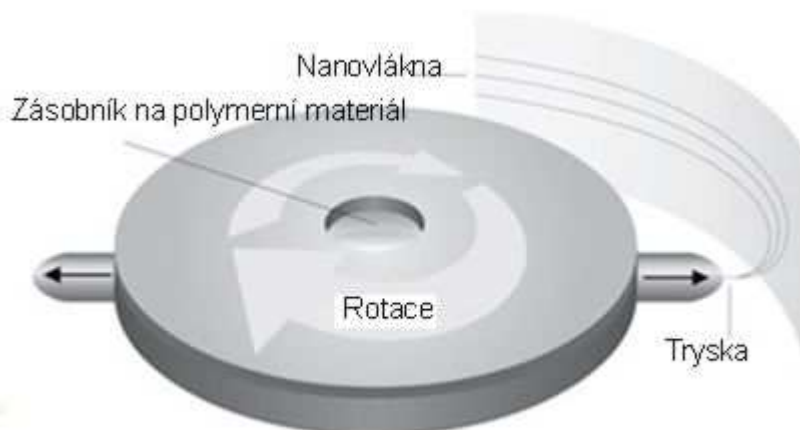


Obr. č. 2 - Fiberlab L1000, zařízení pro odstředivé zvlákňování využívající trysky, vyvinuté společností Fiberio. Schéma zařízení (vlevo), ukázka prototypu (vpravo). Převzato z [6]

Ohřívací zařízení a spinnereta mohou být zahřívány až do teploty $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ u zařízení Cyclone L - 1000 M [1] (nově FiberLab L1000). Hlavní části tohoto zařízení představují spinnereta, tepelný systém, systém pro zachyt vláken (kolektor ve formě pilířů - spacers), komora (environmental chamber), motor a brzda.

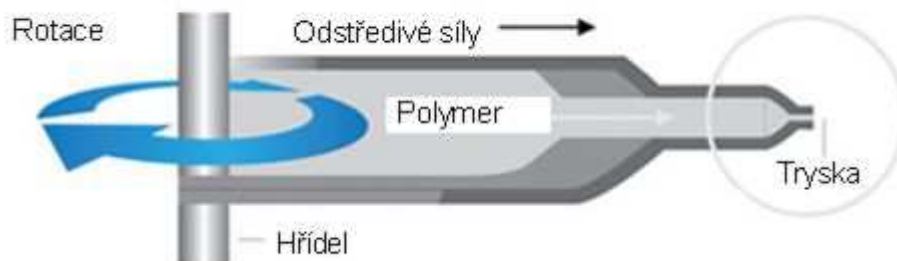
Zařízení je napojeno na kontrolní jednotku, na které lze nastavit rychlost a nebo teplotu, chceme-li zvláknit taveninu - v tomto případě lze použít granulát polymeru, který se v přístroji pomocí tepelného systému roztaví a je možné jej zvláknovat.

K podrobnějšímu vysvětlení principu odstředivého zvlákňování jsou použity další obrázky. Ze schématu na obr. č. 3 je patrné, že uprostřed rotující „talířovité“ spinnerety je zásobník s materiálem a po stranách jsou dva vývody - trysky (orifice), ze kterých vychází polymerní materiál ve formě roztoku nebo taveniny, jenž následně po ztuhnutí nebo odpaření rozpouštědla dopadá ve formě vláken na kolektor.



Obr. č. 3 - Detail spinnerety 1 - uprostřed spinnerety je zásobník pro polymer ve formě roztoku nebo taveniny, po stranách jsou dvě trysky, ze kterých vychází polymerní materiál a posléze dochází vlivem odstředivých sil ke zvlákňování polymeru. Na obrázku je šipkou vyznačen směr rotace. Převzato z [4].

Během rotování spinnerety dochází k tomu, že materiál v kapalném stavu postupuje do trysky, to je zakresleno na obr. č. 4. Jakmile se dostane materiál do trysky, dojde zřejmě k „rozpletní molekul“ zvlákňovaného materiálu a jejich „uspořádání“ do formy vláken, detail na obr. č. 5.

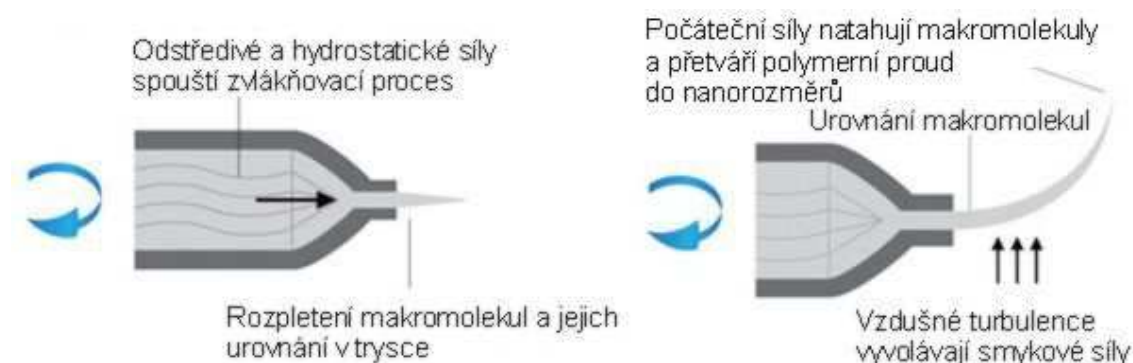


Obr. č. 4 – Detail spinnerety 2 – Spinnereta je nasazena na hřídel, která rotuje. Vlivem rotace dochází ke vzniku odstředivých sil a polymerní materiál postupuje do trysky. Převzato z [4].

Na obr. č. 5 je znázorněn detail trysky. Odstředivé a hydrostatické síly způsobují, že se kapalina dostane do trysky. Je nutné si uvědomit, že k vytvoření vláken dojde kombinací několika „dějů“, které probíhají současně, a to uvnitř trysky i ve vnějším prostředí.

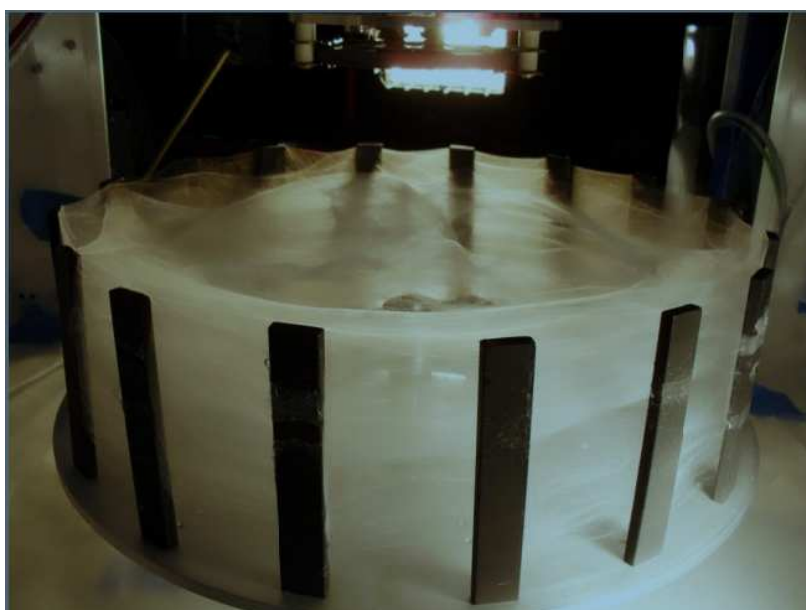
Kapalný materiál je dopraven do trysky vlivem odstředivých a hydrostatických sil. V ústí trysky následně dochází k rozpletní a urovnání molekul. Z trysky tak vychází jednolitý proud kapaliny, který je ve vnějším prostředí prudce ochlazen vzduchem,

prostřednictvím působení smykových sil [4]. Díky tomu dojde k ochlazení taveniny polymeru, nebo k vypařování rozpouštědla a ke vzniku vláken.



Obr. č. 5 - Detail spinnerety 3 – Působením odstředivých a hydrostatických sil je polymerní materiál dopravován ze zásobníku do trysky. Během tohoto procesu dochází patrně k urovňání makromolekul v trysce. Poté, co je polymerní materiál vytrysknut z trysky, začínají na něj působit vzdušné turbulence, které unášejí polymerní materiál směrem ke kolektoru. Převzato z [4].

Vlákna jsou posléze nesena vzduchem díky odstředivým silám směrem ke kolektoru (spaceru), na kterém se zachytávají, viz obr. č. 6.

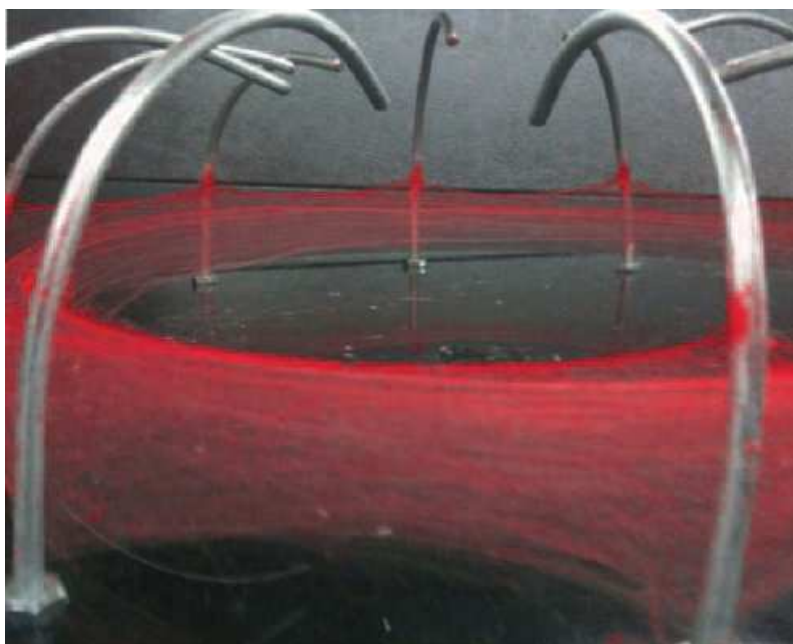


Obr. č. 6 – Ukázka kolektoru (spaceru) 1 - Kolektor je tvořen z 16 pilířků, na kterých jsou zachytávána vlákna. Převzato z [1].

Kolektory (spacery) mohou existovat v různých podobách, některé z nich jsou zobrazeny na obr. č. 7 a č. 8.



Obr. č. 7 - Ukázka kolektoru (spaceru) 2 – kolektor má podobu bubnu, uvnitř kterého je umístěna rotující spinnereta. Vlivem rotace dochází ke vzniku vláken, která se ukládají na bubnu. Převzato z [6].



Obr. č. 8 – Ukázka kolektoru (spaceru) 3 – Kolektor je tvořen ze zahnutých trubek. Vláknna mají červenou barvu. Převzato z [9].

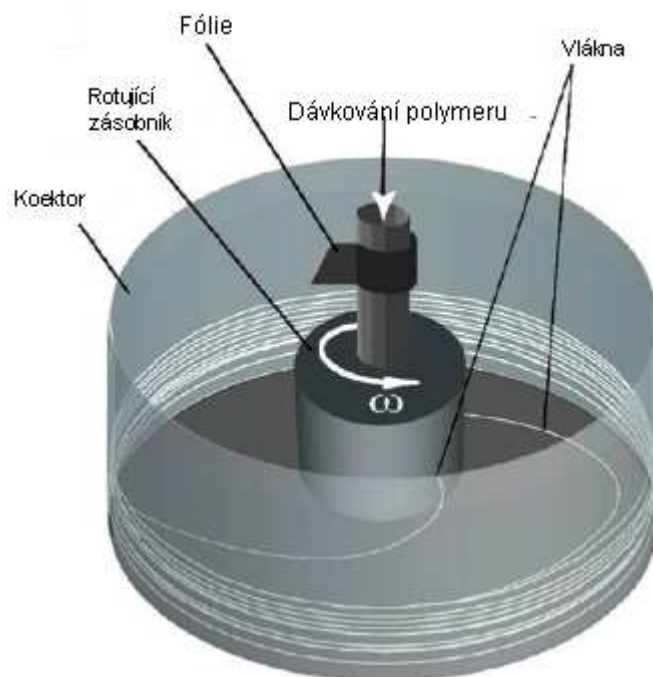
Výroba odstředivých vláken na zařízení FiberLab L1000 a Fiber Engine FS1100

Americká společnost FibeRio se zabývá vývojem a průmyslovou výrobou zařízení pro odstředivé zvlákňování. Produkuje různé typy laboratorních strojů Cyclone, které jsou v současnosti označeny novým názvem - FiberLab L1000. Zařízení určená pro výrobu vláken se z původních obchodních názvů Cyclone FE a Cyclone FS přejmenovala na Fiber Engine FS1100. Tato zařízení jsou sestrojena buď pro výrobu vláken z taveniny a nebo z roztoku, a u některých typů je možné provádět zvlákňování oběma způsoby.

V České republice získala patent na výrobu nanovláken technologií odstředivého zvlákňování společnost Pardam s. r. o.. Společnost se zabývá výrobou anorganických nanovláken. Od společnosti FibeRio odkoupila zařízení pro laboratorní účely Fiberio L – 1000 M (nově FiberLab L1000) a pro průmyslovou výrobu typ Cyclone FE 1.1 (nově Fiber Engine FS1100). *„Tato ekonomicky a provozně velmi efektivní technologie pracuje na principu zvlákňování polymerních roztoků či tavenin s bodem tání do 450 °C pomocí centrifugických, odstředivých sil. Tato technologie umožní vyrábět nepolymerní nanovlákná na bázi anorganické substance především TiO_2 , $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$, Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 “* [10]. *„Anorganická nanovlákná jsou složená z anorganických látek s minimálním množstvím organických (polymerních) nečistot a mohou se objevovat v různém složení“* [11].

Perforovaný zásobník – Americký fyzikální institut

Dalším typem zařízení pro odstředivé zvlákňování je přístroj, který byl vyvinut a je používán na Americkém fyzikálním institutu (American Institute of Physics). V tomto případě se jedná o perforovaný zásobník – Rotary Jet System (RJS), který je připojený na motor, viz. obr. č. 9.



Obr. č. 9 - Zařízení Rotary Jet System vyvinuté na American Society of Physics. Na obrázku je schématicky zobrazen průběh zvláknění na daném zařízení. Je vyznačen směr otáčení (ω) rotujícího zásobníku, ze kterého vývody vychází vlákna. Ta jsou posléze zachytávána na kolektoru. Polymer je dávkován z vrchu do rotujícího zásobníku. Převzato z [8].

V zásobníku (perforated reservoir) je polymerní roztok. Zásobník se otáčí podle své osy symetrie. Pokud se otáčí rychlostí, která převyšuje rovnováhu mezi kapilárními a odstředivými silami, dochází k vystříknutí viskózního proudu polymeru z malých trysek [12]. Proud polymeru se pohybuje po šroubovicové trajektorii a přitom se vypařuje rozpouštědlo [12]. Působením odstředivých sil dochází k „prodlužování“ proudu polymeru a také k vypařování rozpouštědla. Mimo jiné závisí rychlost vypařování rozpouštědla na difúzním koeficientu rozpouštědla v polymeru. Viskózní proud polymeru se pohybuje do té doby, dokud se nedostane na stěny stacionárního cylindrického kolektoru [12]. Jakmile se rozpouštědlo vypaří, dojde ke ztuhnutí vláken a ta je možné sesbírat z kolektoru.

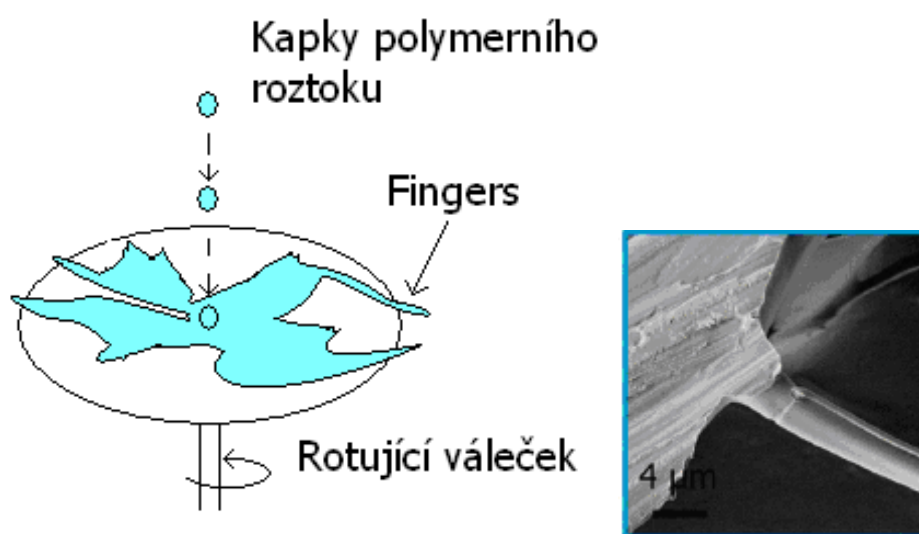
Technické údaje o zařízení RJS:

- Poloměr kolektoru *13,5 cm*
- Poloměr trysky *230 μm*

2.2.2.2 Odstředivé zvlákňování bez trysek

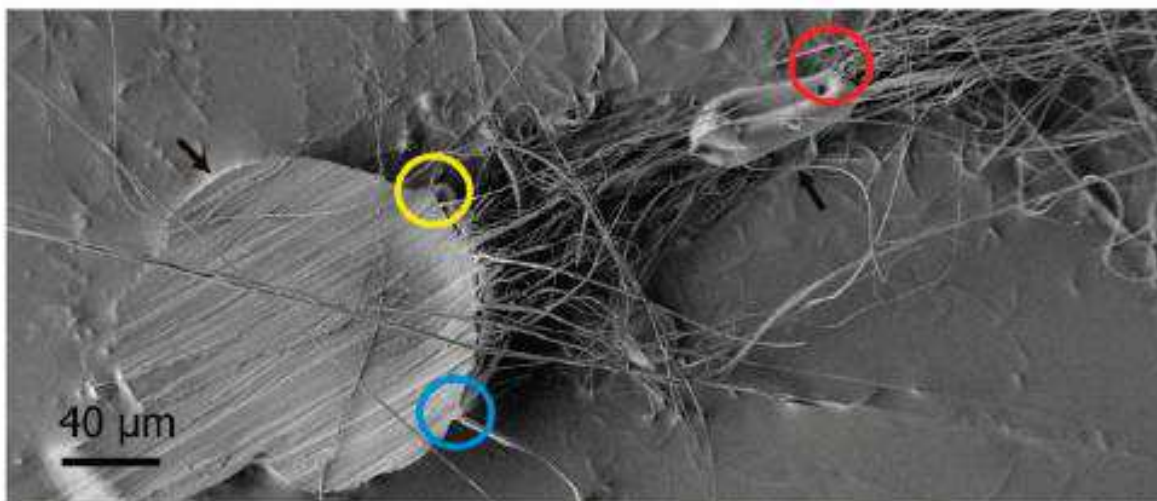
Max Planck Institute

V tomto případě se jedná o velmi jednoduché zařízení, které tvoří pouze rotující váleček. Polymerní roztok je aplikován po kapkách přímo na talířovitý váleček, který rotuje, viz obr. č. 10. Autoři tohoto zařízení pracují stejným způsobem, jako my na zařízení pro odstředivé zvlákňování na KNT FT TUL, ale sledují, co se děje s kapkou polymeru při dopadu na rotující váleček. V literatuře se můžeme setkat s pojmem spin-coating process.



Obr. č. 10 – Schéma zařízení pro odstředivé zvlákňování bez použití trysek. Polymer je dávkován ve formě roztoku na rotující váleček. Vlivem rotace se po dopadu kapek polymerního roztoku na rotující váleček začne tvořit film, ze kterého na vnější hraně válečku vychází „polymerní prst“ – fingers, ze kterých se tvoří vlákna. Zařízení bylo vyvinuto v Německu na Max Planck Institute. Na vedlejším obrázku je ukázka filmu a vlákna („polymerního prstu“), který při rotaci vzniká na válečku. Převzato z [13].

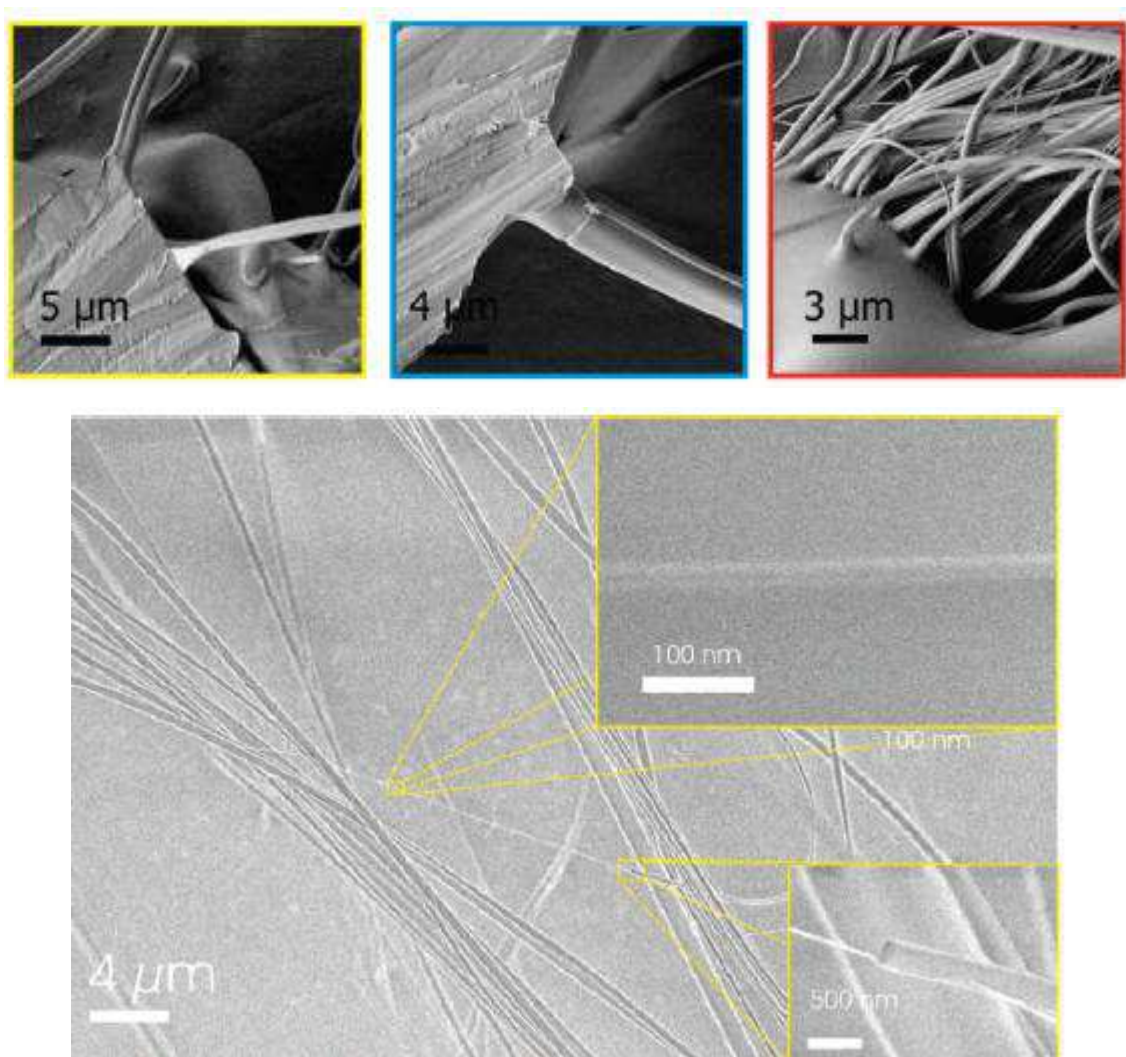
Ke vzniku vláken dochází díky tenkému filmu, který se utvoří na válečku za působení odstředivých a Laplaceových sil. Při rotaci začínají vznikat „polymerní prst“ - fingers, které vychází z tenkého filmu, viz obr. č. 11. Jejich vznik může být vysvětlen Rayleigh – Taylorovou nestabilitou, ke které dochází na rozhraní vzduch – kapalina (roztok) [13].



Obr. č. 11 – Detail tenkého filmu vytvořeném na rotujícím válečku. Z obrázku je patrné, že na vnější hraně válečku z filmu vychází „polymerní prst“ – fingers, ze kterých se tvoří vlákna. Převzato z [13].

Na obr. č. 11 je znázorněn polymerní film, který se vytvořil během rotace válečku. Film se nepravdělně rozšiřuje vlivem rotace po válečku směrem k jeho vnější hraně, odkud z filmu vychází spousta „vláken“ (fingers) [13]. Při tomto ději působí na roztok na válečku gravitační síla, kapilární síly, odstředivé síly a Marangoniho síly [13]. Při další aplikaci polymerního roztoku, se polymer roztéká právě do těchto „polymerních prstů“, ze kterých se pak vlivem rotace tvoří vlákna. Při zvlákňování může docházet také ke vzniku stříkanců, a to z důvodů povrchové nestability. V případě, kdy je další polymerní roztok aplikován – odkapáván na již vytvořený film na válečku, může dojít k rozstříknutí polymeru. Toto se děje proto, že rozhraní mezi polymerním filmem a vrstvou vzduchu se stalo nestabilní, což vede ke vzniku malých vertikálních deformací, jejichž následkem se místo vláken tvoří stříkance [13].

Na obr. č. 12 jsou detailně zobrazeny jednotlivé vybarvené oblasti (červená, modrá, žlutá).



Obr. č. 12 - Detail jednotlivých oblastí při odstředivém zvlákňování bez použití trysek – horní část obrázku. Ze žluté a modré části obrázku (zvětšení 5 μm a 4 μm) je zřejmé, že se vlákna tvoří z jednotlivých „polymerních prstů“ – fingers. Na červeném obrázku /zvětšení 3 μm) je ukázka kapky, která je spojena řádově se stovkami vláken. V spodní části obrázku je ukázka vláken, která se podařilo zvláknit při nanášení polymeru na rotující váleček. Nejmenší průměr byl 25 nm. Převzato z [13].

Ze žlutého a modrého rámečku na obr. č. 12 je patrné, že vlákna vznikají z filmu. V červeném rámečku je detail kapky, která je spojená řádově se stovkami vláken. U elektrostatického zvlákňování je běžné, že z kapky vychází pouze vlákno jedno. Při zvlákňování se podařilo získat i jemná vlákna, autoři uvádí, že nejjemnější vlákna dosahovala průměru 25 nm. Při zvlákňování může docházet také ke vzniku kapiček (perliček), a to z důvodů povrchové nestability.

2.2.2.3 Elektro-odstředivé zvlákňování

ISF Swerea

Další typ zařízení byl sestaven ve Švédsku na ISF Swerea. Toto zařízení, zobrazené na obr. č. 13, využívá dvě metody výroby nanovláken, a to elektrostatického a odstředivého zvlákňování.



Obr. č. 13 – Zařízení pro výrobu nanovláken elektro-odstředivým způsobem z ISF Swerea. Elektrostatické síly působí mezi zvlákňovacím diskem a kolektorem, který tvoří vlákenný substrát. Polymerní roztok je dávkován pumpou do rotujícího disku, který je napojen na elektrický motor. Vlivem rotace se začínají tvořit vlákna, která jsou díky elektrickým silám vedena na sběrnou elektrodu. Převzato z [14].

Součástí zařízení je rotující zvlákňovací disk, do jehož středu je čerpán polymerní roztok. Disk rotuje vysokou rychlostí a díky tomu dochází ke vzniku odstředivých sil. Polymerní roztok se působením odstředivých sil pohybuje (radiálně) k okraji disku, kde dojde k překonání povrchového napětí vlivem odstředivými silami a následně dochází k vystříknutí spousty kapalných proudů [14].

Elektrické pole s vysokým napětím působí mezi diskem a kolektorem. Síly v elektrickém poli navádí kapalně proudy přímo na kolektor a pomáhají je natahovat do velmi tenkých rozměrů [14]. Během tohoto procesu dochází k neustálému vypařování rozpouštědla. Veškeré rozpouštědlo se vypaří, dříve než dopadnou vlákna na vlákenný substrát na kolektoru. Na obr. č. 14 je zobrazen detail disku, jehož průměr je 100 mm.

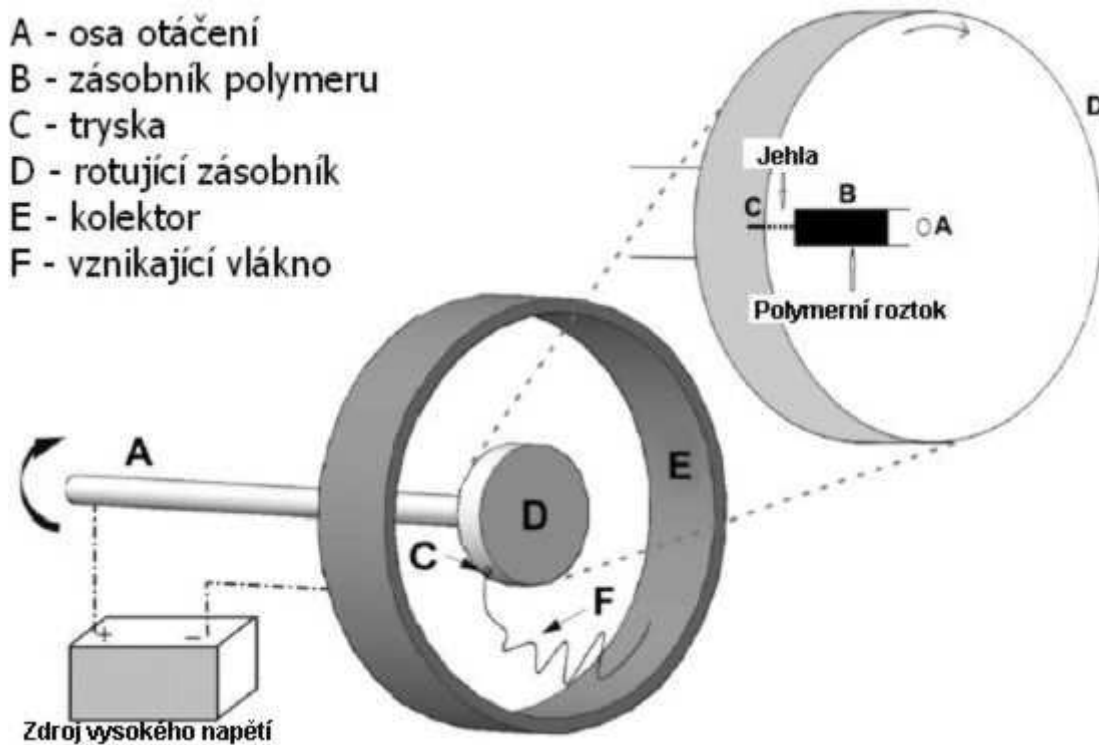
Disk je vyroben z hliníku a je pozlacený. Z obr. č. 14 je patrné, že na stranách disku se nachází otvory pro vystříknutí polymeru.



Obr. č. 14 - Detail disku ze zařízení pro elektro-odstředivé zvlákňování. Po stranách disku jsou dva vývody pro zvlákňování polymerního roztoku. Převzato z [14].

Autoři tohoto zařízení spatřují výhody v tom, že tato kombinace zvlákňování nezávisí tak výrazně na okolních podmínkách (teplota, vlhkost), jako je tomu u samotného elektrostatického zvlákňování [14].

Opět se jedná o kombinaci elektrostatického a odstředivého zvlákňování. Na obr. č. 15 je schématicky znázorněno dané zařízení.



Obr. č. 15 – Zařízení pro elektro-odstředivé zvlákňování na Isfahan University of Technology. Zdroj vysokého napětí je napojen záporným nábojem na kolektor (E) a kladným nábojem na rotující zásobník (D). Zásobník (D) polymeru je složen ze zásobníku polymerního materiálu (A) a trysky, která je tvořena jehlou (C). Zařízení pracuje buď pouze za pomoci odstředivých sil a nebo pouze působením elektrostatických sil, případně lze zkombinovat účinky obou sil. Ve všech případech se vlákna (F) zachytávají na kolektoru (E). Převzato z [15].

Ve vnitřním válečku (D) je umístěn zásobník s polymerním roztokem. Zařízení může vytvářet vlákna buď pouze odstředivě, pouze elektrostaticky a nebo kombinací odstředivých a elektrostatických sil, pokud jsou zásobník i kolektor (E) napojeny na zdroj vysokého napětí. Vlákna se začínají tvořit vlivem působení odstředivých sil. Pokud prochází zařízením elektrický proud, dochází k usměrnění toku vláken na sběrný kolektor.

Autoři tohoto zařízení provedli několik experimentů a zjistili, že při odstředivém zvlákňování nízkou rychlostí málo koncentrovaných roztoků se spolu s vlákny tvoří i kapičky. Pokud se zvlákňování provádí elektro-odstředivým způsobem, dochází k výraznému snížení rozměrů vláken a výskytu kapiček, a to díky tomu, že se k odstředivým silám přidají síly elektrostatické. Elektro-odstředivé zvlákňování je efektivní možnost, jak lze zvlákňovat roztoky s extrémně nízkou viskozitou. Navíc je

vlivem odstředivých sil redukováno pásmo nestability a lze tak vytvářet uspořádanější vlákna než při elektrostatickém zvlákňování [15]. Díky elektrostatickým silám jsou průměry vláken rovnoměrnější než u vláken získaných z odstředivého zvlákňování.

Technické údaje o zařízení na Isfahan University of Technology:

- Délka jehly *18 mm*
- Průměr jehly *160 μm*
- Průměr kolektoru *26,6 cm*
- Výška kolektoru *10 cm*

2.2.3 Parametry ovlivňující odstředivé zvlákňování

Při odstředivém zvlákňování závisí vznik vláken na různých parametrech. Ty lze obecně rozdělit na:

1. parametry nastavení zařízení
2. parametry materiálu

Parametry nastavení zařízení:

- Rychlost otáčení
- rozměry trysky – spinnerety (průměr trysky nebo průměr zvlákňovacího disku – válečku, atd.)
- vzdálenost sběrného kolektoru – poloměr kolektoru

Parametry materiálu:

- polymer, rozpouštědlo
- vlastnosti polymerního roztoku (povrchové napětí, viskozita roztoku, koncentrace, molekulová hmotnost polymeru, atd.)

Tyto základní parametry mají vliv na kvalitu zvlákňování, kdy můžeme získat [15]:

1. nekonečná vlákna
2. vlákna s kapkovými defekty polymeru
3. žádná vlákna (pouze kapky)

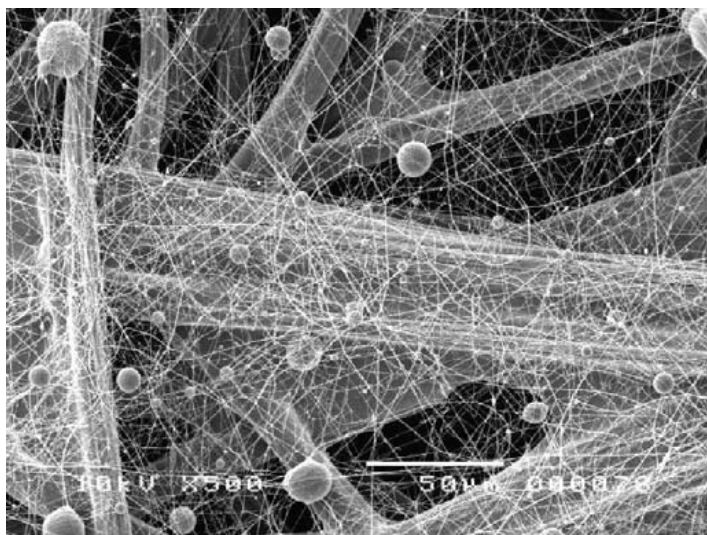
Nekonečná vlákna se vytvoří pokud jsou parametry viskozita a obvodová rychlost dostatečně velké [15]. Pokud bychom snižovali viskozitu roztoku, je nutné naopak zvýšit obvodovou rychlost, aby bylo možné vytvořit nekonečně dlouhá vlákna.

V případě, že bychom snižovali oba parametry, tj. viskozitu i obvodovou rychlost, získáme vlákna, jež budou pokryta kapičkami polymeru a nebo mohou obsahovat i jiné defekty. Kapičky a ostatní defekty vznikají proto, že odstředivé síly nejsou dostatečně velké, aby dokázaly překonat povrchové napětí a aby došlo k prodloužení proudu polymeru, než se dostane na stěny kolektoru [15].

Pokud by viskozita a úhlová rychlost byly příliš malé, nedošlo by k vytvoření vláken. V tomto případě jsou odstředivé síly natolik nedostatečné, že polymerní proud nedosáhne stěn kolektoru.

2.2.4 Defekty u odstředivého zvlákňování

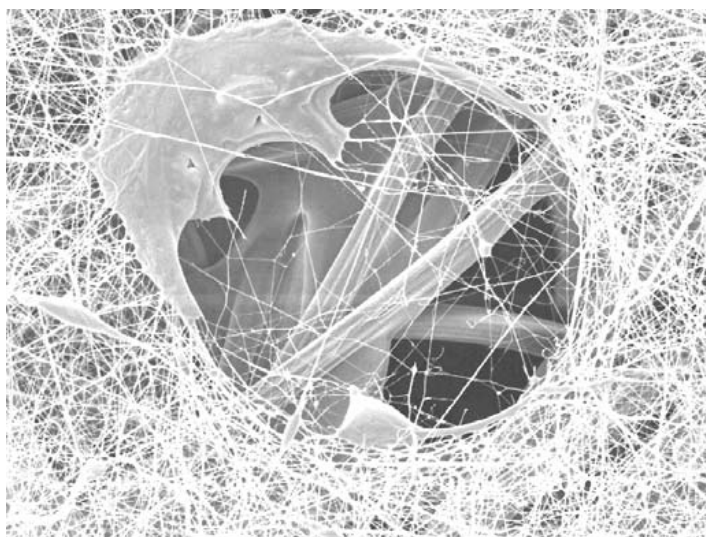
Během zvlákňování dochází ke vzniku různých defektů, jako je např. vznik kapiček (perliček), děr a také tvorba tzv. provazů. Na níže uvedených obrázcích jsou snímky defektů, ke kterým může při zvlákňování docházet. Na obr. č. 16 jsou vidět kapičky (perličky), k jejichž vzniku dochází především u méně koncentrovaných roztoků.



Obr. č. 16 – Kapičky (perličky) se tvoří především při zvlákňování méně koncentrovaných roztoků. Převzato z [15].

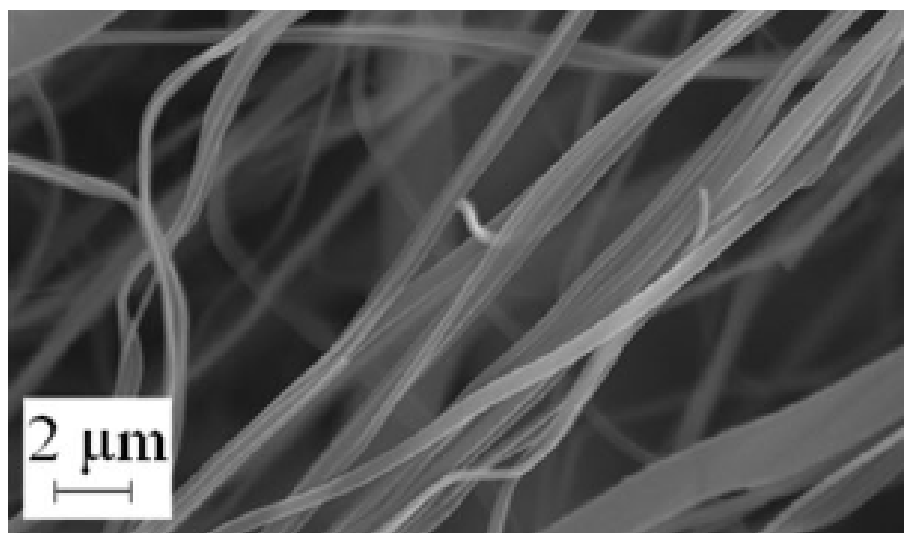
Na obr. č. 17 je ukázán další defekt – díra. Ke vzniku děr dochází většinou tehdy, pokud se během zvlákňování vytvoří větší kapka polymeru, která dopadne vlhká na vláknennou

vrstvu a tam dojde k roztavení již vytvořených vláken. Nanovláknna s obsahem děr se nedají použít v aplikacích, jako jsou filtrace, membrány a nebo bariéry [15].



Obr. č. 17 – Díry vznikají během zvlákňování, kdy se vytvoří větší kapka z polymeru a pak dopadne ještě vlhká na vláknennou vrstvu. Převzato z [15].

Posledním defektem jsou tzv. provazy, viz obr. č. 18. Vláknna jsou silná a rýhovaná, jakoby byla spojena dvě a více vláken dohromady.



Obr. č. 18 - Provazy. Vláknna jsou rýhována a vypadají, jako kdyby byla spojena dvě a více vláken dohromady. Převzato z [5].

2.2.5 Materiály vhodné pro zvlákňování

Technologie odstředivého zvlákňování umožňuje vyrábět nanovláknna mimo jiné i z materiálů, které dosud nebylo možné zvlákňovat. Lze zvlákňovat z roztoků i z tavenin, a to z čistých polymerů a polymerů s přísávkou anorganických látek, kovů a dalších. Jedná se například o polypropylenová, teflonová, kovová, keramická, aj. nanovláknna.

V tabulkách č. 1 a č. 2 jsou zobrazeny základní údaje a parametry o vláknech, která se podařilo zvláknit různým experimentátorům při odstředivém zvlákňování. Dané údaje jsou získány z vědeckých a odborných prací, které jsou uvedeny v seznamu literatury.

Tab. č. 1 – Odstředivé zvlákňování - zvlákněné materiály 1

Materiál	Mol. hmot. [g/mol]	Rozpouštědlo	Koncentrace [hm. %]	Ob. rych. [ot./min]	Průměr kolektoru [cm]	Vlákna [nm]
PLA	-	Chloroform	4 – 9,5	4000 – 37 000	9 – 18	150 - 3000
PA6	44 000	Organická kyselina	10 – 16	2500 – 7500	36 - 56	263
PMMA	10 ⁷	Chlorobenzen	5	1000 – 8000	-	25 – 5000
PVDF	-	Aceton + dimethylacetamid	18; 21,5; 25	4000 – 8000	-	300 – 2000
PVDF	-	Aceton + dimethylacetamid	13,5	7000	-	405 ± 193,1
PCL	60 000	Dichlormetan	16; 18	3000 – 9000	-	220 – 326
BEH – PPV/PEO	900 000	Chloroform	0; 0,5; 1; 2,5; 5; 10	2000 – 7000	-	500 – 2000
PAN	100 000	Dimethylformamid	16	6360	12	440
PP	-	Tavenina 225 °C	100	12000	-	372 ± 238

Tab. č. 2 – Odstředivé zvlákňování – zvlákněné materiály 2

Materiál/ způsob zvlákňování	Viskozita [Pa . s]	Defekty	Nejnižší průměr vláken [nm]	Koncentrace [hm. %]	Obv. rych. [ot./min]	Zdroj literatury
PLA/ odst. + trysky	25 – 250	Kapičky	150	-	-	[12]
PA6/ el.-odst.	-	Kapičky	< 263	-	-	[14]
PMMA/ odst. bez trysek	10 – 57	Kapičky, díry	25	-	-	[13]
PVDF/ odst. + trysky	-	Kapičky	311	18	8000	[5]
PVDF/ odst. + trysky	-	-	-	20	7000	[16]
PCL/ odst. + trysky	-	Kapičky	220	16	9000	[17]
BEH – PPV/PEO/ odst. + trysky	-	-	570	5	4000	[9]
PAN/ el.-odst.	-	-	440	16	6360	[15]
PP/ odst. + trysky	-	-	-	100	12000	[18]

2.3 Elektrostatické zvlákňování (electrospinning)

Elektrostatickým zvlákňováním lze získat vlákna o rozměrech mezi $10\text{ nm} - 10\text{ }\mu\text{m}$, obvykle se střední hodnota průměrů vláken pohybuje v rozmezí $200 - 500\text{ nm}$. Tato technologie umožňuje zvlákňovat z polymerních roztoků i tavenin – meltů, a to několika způsoby - z kapiláry (jehly) a z volné hladiny, tj. z tyčinky a z válečku. Průmyslová výroba nanovláken je zajištěna právě díky elektrostatickému zvlákňování z volné hladiny z válečku, technologické zařízení je nazváno NanospiderTM.

„Podstatou výroby nanovláken je využití účinku elektrostatického pole na elektricky nabitě viskoelastické kapaliny (obvykle roztok polymeru), kdy za příznivých podmínek dojde k vytvoření velmi tenkých vláken“ [2]. Součástí zařízení pro elektrostatické zvlákňování jsou dvě opačně nabitě elektrody, jedna je v kontaktu s kapalinou (roztokem), které předává náboj. *„Nabitá kapalina je vystavena přitažlivým elektrostatickým silám opačné elektrody, je k ní tažena a dojde ke vzniku velmi tenkých vláken“ [2].* Při dosažení kritické hodnoty elektrického napětí začínají vznikat Taylorovy kužely a také začíná docházet ke vzniku nanovláken. Ke zvlákňování dochází díky gradientu elektrického pole.

Na tvorbě vláken se podílí několik mechanismů, které působí zároveň. Navíc závisí konečná podoba vláken na podobě elektrod a také na několika parametrech zvlákňované kapaliny (roztoku nebo z taveniny), jež významně ovlivňují elektrostatické zvlákňování, jedná se zejména o viskozitu, povrchové napětí, elektrickou vodivost, aj. Závisí také na podmínkách v okolním prostředí, jako je relativní vlhkost a teplota.

3 Experiment

Experimentální část práce popisuje přípravu polymerních roztoků a různé způsoby zvlákňování - na laboratorním zařízení, na zařízení FiberLab L1000 společnosti Pardam, s.r.o. a elektrostatické zvlákňování z tyčky. Na základě provedených experimentů jsou zjištěny průměry vláken a základní parametry, které mají vliv na kvalitu tvorby vláken.

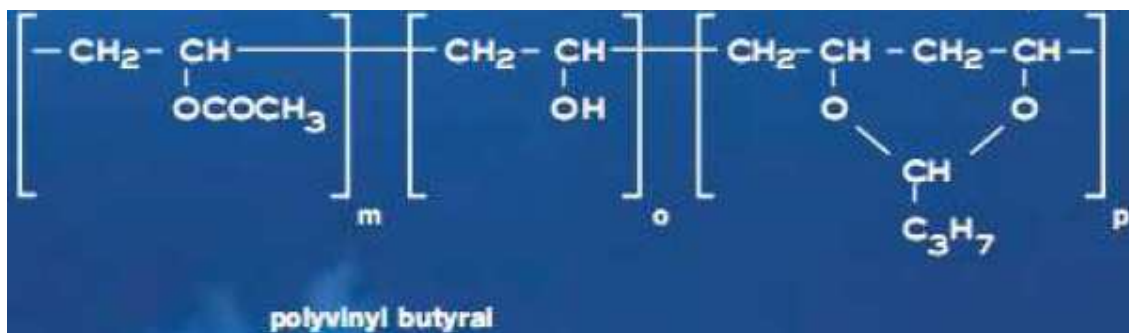
3.1 Polymerní roztoky

V této kapitole je pojednáno o přípravě polymerních roztoků z polyvinylbutyralu a ethanolu o různých koncentracích. U všech roztoků je změřeno povrchové napětí a viskozita.

3.1.1 Příprava polymerních roztoků

Pro experiment je vybrán polymer polyvinylbutyral (dále jen PVB), a to konkrétně ve dvou provedeních – Mowital B 60 H a Mowital B 60 T od německé společnosti Kuraray. Oba typy mají stejnou molekulovou hmotnost – $60\,000\text{ g/mol}$ a jejich charakteristiky jsou si podobné.

Polyvinylbutyral je bílý, jemný polymerní prášek, který se připravuje reakcí polyvinylacetalu a butyraldehydu. Označení Mowitalu B znamená, že je k výrobě polymeru použit butyraldehyd. Písmena T a H označují stupeň acetalizace, T je nejnižší, H střední. Mowital B 60 H dosahuje $18 - 21\text{ hm. \%}$ polyvinylalkoholu a $1 - 4\text{ hm. \%}$ polyvinylacetátu. Mowital B 60 T obsahuje $24 - 27\text{ hm. \%}$ polyvinylalkoholu a $1 - 4\text{ \%}$ polyvinylacetátu. Strukturní vzorec butyraldehydu je na obr. č. 19.



Obr. č. 19 – Strukturní vzorec polyvinylbutyralu, m – zastoupení polyvinylalkoholu, o – zastoupení polyvinylacetátu v řetězci polyvinylbutyralu. Převzato z [19].

Mowital je rozpustný v nepolárních rozpouštědlech. Běžně se používá při výrobě ochranných skel, kde slouží jako mezivrstva a brání rozbití skla [20]. Firma Kuraray doporučuje Mowital používat jako pojivo pro nanášení ochranných podkladových nátěrů, pojiva pro potisk textilií, hotmely, adheziva [21]. Mezi základní vlastnosti Mowitalu patří voděodolnost, elasticita, výborná optická transparentnost nebo vysoká schopnost pojení [22].

Polymer byl zvolen díky své dostupnosti a především s ohledem na snadnou přípravu i snadnou manipulaci při zvláknění, kdy není nutné použití digestoře.

Z obou typů PVB jsou namíchány roztoky o různých hmotnostních koncentracích, viz tab. č. 3. Celkem je vytvořeno 16 polymerních roztoků, které jsou namíchány v množství 30 g. Jako rozpouštědlo je použit ethanol (Ethanol p.a., CAS: 111-42-2, Penta). Pro lepší rozpuštění polymeru v rozpouštědle je použita třepačka.

Tab. č. 3 – Připravené roztoky PVB v ethanolu

Roztok	Množství PVB (g)	Množství ethanolu (g)
8 hm. %	2,4	27,6
9 hm. %	2,7	27,3
10 hm. %	3,0	27,0
11 hm. %	3,3	26,7
12 hm. %	3,6	26,4
13 hm. %	3,9	26,1
14 hm. %	4,2	25,8
15 hm. %	4,5	25,5

3.1.2 Povrchové napětí polymerních roztoků

U všech připravených roztoků jsou měřeny hodnoty povrchového napětí metodou maximálního tlaku v bublině na zařízení PocketDyne od německé společnosti KRÜSS. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v kapitole 4.1.

3.1.3 Viskozita polymerních roztoků

U všech roztoků je změřena viskozita pomocí rotačního viskozimetru (RotoVisco Thermo Scientific). Pomocí injekční stříkačky je kápnuta kapka polymeru na spodní válec viskozimetru, na který je poté přitlačen vrchní válec a dochází k měření viskozity a vyhodnocení pomocí počítačového softwaru.

3.2 Odstředivé zvlákňování

Laboratorní zařízení na KNT FT TUL

Laboratorní zařízení pro odstředivé zvlákňování obsahuje pouze rotující disk o průměru $d = 37,78 \text{ mm}$, který je připevněn do skříně vrtačky. Ten je napojen na elektromotor, na němž lze libovolně nastavovat otáčky a měnit tak obvodové rychlosti disku. Laboratorní zařízení je na obr. č. 20. Jedná se o velmi jednoduché variabilní přenosné laboratorní zařízení, které má sloužit především k prvotním experimentům a k postupnému poznávání procesu odstředivého zvlákňování z polymerních roztoků.



Obr. č. 20 – Zařízení pro odstředivé zvlákňování na KNT FT TUL. Elektromotor je napojen do skříňidla vrtačky, která pohání váleček pro zvlákňování. Zvlákňovací zařízení je umístěno ve vaničce. Ke zvlákňování je použit buben, který slouží jako kolektor a zábrana, aby se vlákna nevířila do prostoru.

Na elektromotoru je stupnice od 0 do 100, různé hodnoty napětí vyjadřují různé otáčky disku, viz detail na obr. č. 21. Tato závislost byla experimentálně zjištěna, viz tab. č. 4.

Tab. č. 4 - Kalibrace otáček na laboratorním zařízení

Stupnice	Napětí [kV]	[ot/min]
0	0,45	0
10	24,30	0
20	48,50	2 060
30	75,00	11 119
40	98,30	15 872
50	123,50	20 022
40	148,20	25 647
70	175,00	28 818
80	198,10	31 167
90	223,70	34 478
100	245,00	38 212



Obr. č. 21 – Elektromotor k zařízení pro odstředivé zvlákňování na KNT FT TUL.

U laboratorního zařízení je polymerní roztok nanášen na disk kapáním z injekční stříkačky a nebo ze skleněné tyčinky (v závislosti na viskozitě zvlákňovaného materiálu). Zvlákňovací disk a kolektor je na obr. č. 22.



Obr. č. 22 – Zvlákňovací disk. Zvlákňovací disk je umístěn ve vaničce. Při zvlákňování je možné použít buben jako kolektor a také jako zábranu, aby nedocházelo k víření vláken do prostoru.

Stříkačka lze využít pouze k méně viskóznějším roztokům. Při dopadnutí kapek polymeru na disk, dochází vlivem rotace a dalších fyzikálních sil k tvorbě vláken. Tato vlákna mohou být sbírána na kolektor a nebo dopadají na podložku vlivem působení

gravitace. Během odstředivého zvlákňování jsou nožičky zařízení připevněny ke stolu pomocí lepicí pásky, aby nedocházelo k vibraci zařízení po stole.

Zvlákňování probíhá tak, že je roztok „nakapáván“ na rotující disk přibližně z výšky 30 cm. Rotující váleček je umístěn v plastové vaničce, ze které lze sesbírat vytvořená vlákna. Během zvlákňování je umístěn ve vaničce „buben“, který funguje jako zábrana, aby nedocházelo k rozstříkávání polymeru a víření vláken do prostoru a zároveň jej lze použít i jako kolektor pro sběr vláken u méně koncentrovaných roztoků.

Je provedeno několik experimentů zvlákňování při různých rychlostech. Nejprve je provedeno orientační zvlákňování, při kterém je nastaven počet otáček 11 119 ot/min (hodnota 30 na stupnici). Podle vzorce pro výpočet obvodové rychlosti $v = ((\pi \cdot d \cdot n)/60)$ odpovídají nastavené otáčky rychlosti přibližně 22 m/s. Při daných otáčkách je zjišťováno, zda lze vůbec vybraný polymer zvlákňovat. Průběh a podmínky zvlákňování jsou uvedeny v kapitole 4.2.

Při dalších experimentech na laboratorním zařízení jsou pro zvlákňování nastaveny vyšší rychlosti, jež přibližně odpovídají rychlostem, při kterých byl zvlákňován polymer na speciálním zařízení FiberLab L1000 ve společnosti Pardam popsané níže. Ze vzorce pro výpočet obvodové rychlosti jsou vyjádřeny otáčky $n = \frac{v \cdot 60}{\pi \cdot d}$.

3.2.1 Odstředivé zvlákňování ve společnosti Pardam

Ve společnosti Pardam jsou zvlákňovány vybrané koncentrace z připravených polymerních roztoků PVB Mowital B 60 H, které z úvodních experimentů na laboratorním zařízení vycházely nejlépe. Průměr zvlákňovací „spinnerety“ $d = 160 \text{ mm}$. Vlákna jsou zachytávána na „spacerech“. Zvlákňování probíhá při třech různých rychlostech otáčení, a to $n_1 = 5000 \text{ ot/min}$, $n_2 = 7000 \text{ ot/min}$ a $n_3 = 12\,000 \text{ ot/min}$ viz tab. č. 5. Průměry vytvořených vláken jsou uvedeny v kapitole 4.2.2.

V tab. č. 5 jsou uvedeny rychlosti zvlákňování ve společnosti Pardam, které jsou přepočítány na rychlosti na laboratorním zařízení.

Tab. č. 5 - Obvodové rychlosti zvlákňování

Rychlost [m/s]	FiberLab L1000 d = 160 mm	Laboratorní zařízení d = 38,78 mm
41,89	5000	21175,27
58,64	7000	29545,28
100,33	12000	50820,00

Pro zvlákňování na laboratorním zařízení jsou však použity pouze rychlosti $41,89 \text{ m/s}$ a $58,64 \text{ m/s}$. Se zvlákňovacím diskem o průměru $d = 37,78 \text{ mm}$ nelze dosáhnout rychlosti $100,33 \text{ m/s}$.

3.3 Elektrostatické zvlákňování

Elektrostatické zvlákňování je v současnosti nejběžnější způsob výroby nanovláken. V rámci experimentu je pro porovnání s technologií odstředivého zvlákňování provedeno u použitých roztoků také elektrostatické zvlákňování, a to s cílem zjištění rozdílů mezi oběma způsoby výroby vláken. Zvlákňuje se z volné hladiny – z tyčinky. Průběh zvlákňování a průměry vláken jsou v kapitole 4.3.

3.4 Obrazová analýza

U všech vyrobených vláken jsou pořízeny snímky na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) Phenom (FEI Company, Hillsboro, USA), které jsou poté pomocí obrazové analýzy a programu Lucia G 4.82 (Laboratory Imaging Praha) použity ke zjištění orientačních průměrů vláken. Pro každý typ vyrobených vláken je provedeno 100 měření, která jsou statisticky vyhodnocena. V některých případech se nepodařilo pořídit snímky pomocí SEM, takže nebyla provedena ani obrazová analýza. V kapitole 4 jsou uvedeny podrobnější údaje pro oba typy polymeru PVB při různých obvodových rychlostech, včetně 95% intervalů spolehlivosti (IS) střední hodnoty.

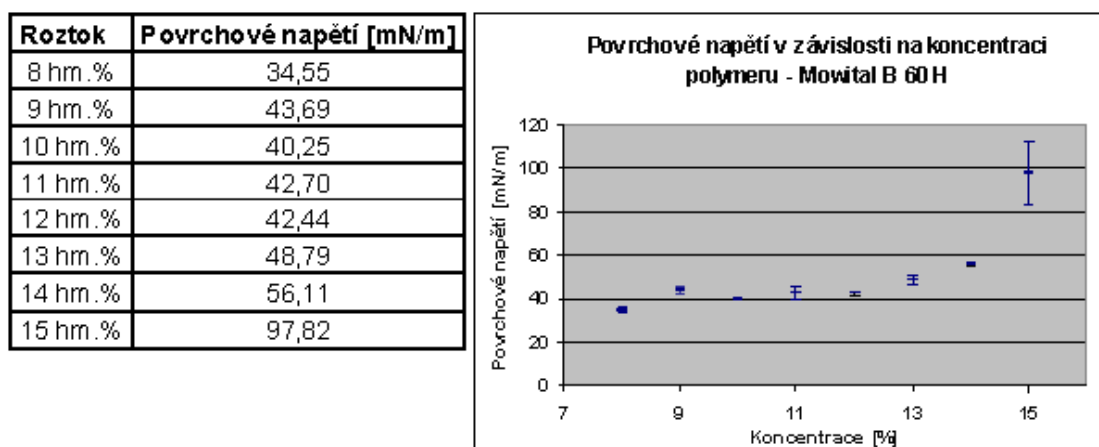
95% IS střední hodnoty je vypočítán podle vzorce $95\% IS = \bar{x} \pm t_{0,975} \frac{s}{\sqrt{n}}$, kde $n = 100$ a

hodnota $t_{0,975}$ je z tabulek Studentova rozdělení.

4 Výsledky a diskuze

4.1 Polymerní roztoky

U polymerních roztoků bylo zjišťováno jejich povrchové napětí a viskozita. V obr. č. 23 jsou zobrazeny výsledky měření povrchového napětí polymerních roztoků pro PVB Mowital B 60 H. Pro každou koncentraci roztoku bylo provedeno 10 měření.

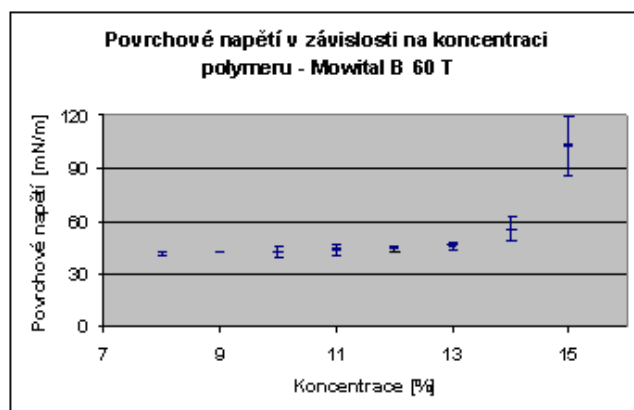


Obr. č. 23 – Povrchové napětí – Mowital B 60 H. Vlevo jsou hodnoty povrchového napětí, vpravo graf hodnot povrchového napětí s chybovými úsečkami.

V obr. č 23 jsou uvedeny střední hodnoty povrchového napětí u Mowitalu B 60 H a ve vedlejším grafu jsou znázorněny chybové úsečky. Z tabulky je patrné, že koncentrovanější roztoky mají vyšší hodnoty povrchového napětí. Z obr. č. 23 je zřejmé, že nejkonzentrovanější roztok (15 %) se značně odchýlil od ostatních hodnot povrchového napětí.

V obr. č. 24 jsou uvedeny střední hodnoty povrchového napětí u přípravku Mowital B 60 T, pro názornost je zobrazen také graf s chybovými úsečkami. Opět je názorně vidět, že se stoupající koncentrací roztoku narůstá i jeho povrchové napětí. U obou typů PVB se průměrné hodnoty povrchového napětí pohybují přibližně na stejné úrovni.

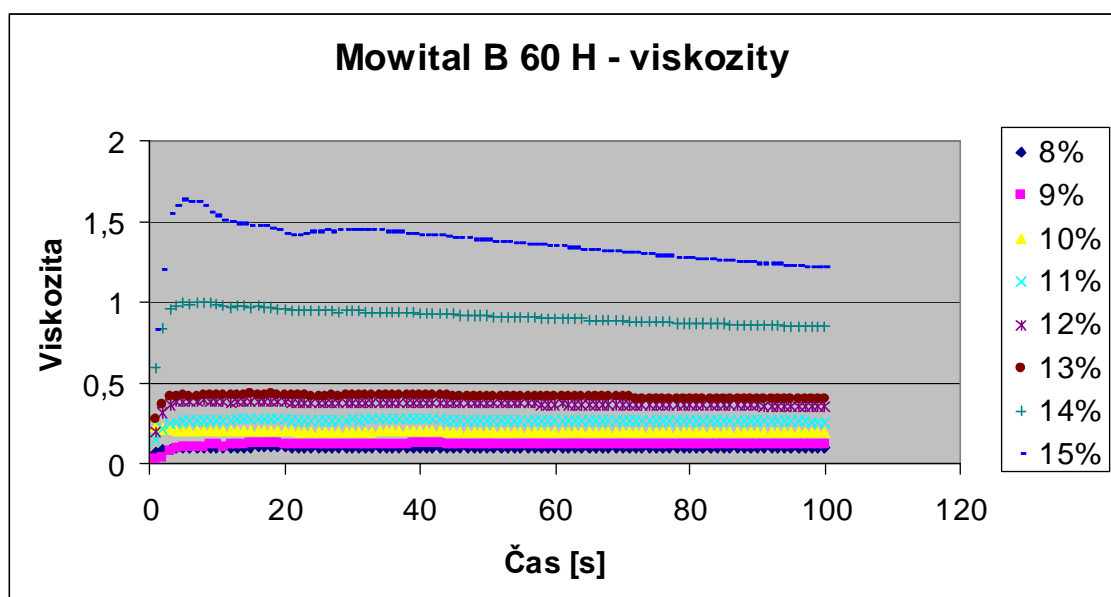
Roztok	Povrchové napětí [mN/m]
8 hm. %	41,98
9 hm. %	42,33
10 hm. %	42,03
11 hm. %	43,71
12 hm. %	44,18
13 hm. %	45,70
14 hm. %	55,04
15 hm. %	102,51



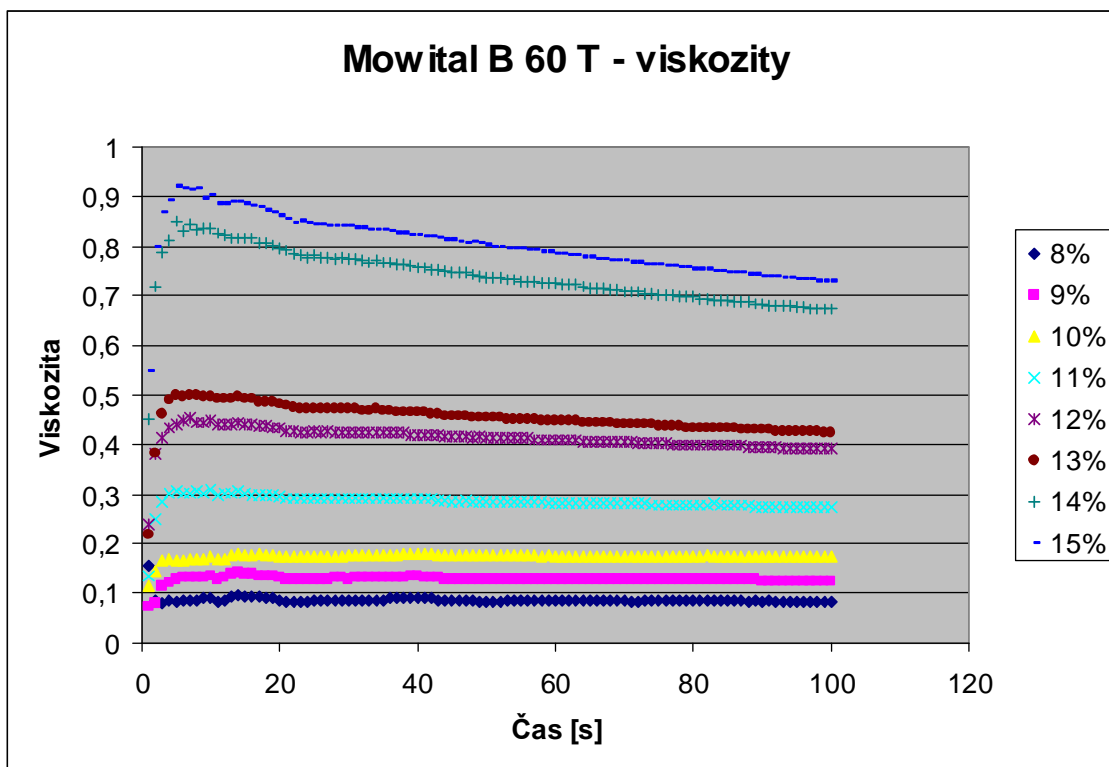
Obr. č. 24 - Povrchové napětí – Mowital B 60 T. Vlevo jsou hodnoty povrchového napětí, vpravo graf hodnot povrchového napětí s chybovými úsečkami.

Z obr. č. 24 je patrné, že hodnota koncentrace 15 % se odchýlila od ostatních hodnot.

Na grafu č. 1 jsou vyneseny hodnoty viskozity pro polymerní roztok Mowitalu B 60 H a na grafu č. 2 pro polymerní roztok Mowitalu B 60 T. Pro oba druhy polymeru v roztocích platí, že s vyšší koncentrací narůstá i viskozita. Z grafu č. 1 je patrné, že u koncentrací polymerních roztoků nejsou s výjimkou 14 % a 15 % zaznamenány příliš velké rozdíly v naměřených viskozitách. U polymeru Mowital B 60 T, zobrazeného na grafu č. 2, je ale patrný rozdíl naměřených hodnot u všech koncentrací polymeru. U polymeru Mowital B 60 H o koncentraci 15 % byla naměřena nejvyšší hodnota viskozity, byla dokonce výrazně vyšší než viskozita u druhého polymeru o koncentraci 15 %.



Graf č. 1 - Viskozity v závislosti na koncentraci polymeru Mowital B 60 H



Graf č. 2 - Viskozity v závislosti na koncentraci polymeru Mowital B 60 T

4.2 Odstředivé zvlákňování

V kapitole jsou uvedeny výsledky ze zvlákňování na laboratorním zařízení na KNT FT TUL a na zařízení FiberLab L1000.

4.2.1 Odstředivé zvlákňování na laboratorním zařízení

4.2.1.1 Orientační zvlákňování

V tab. č. 6 jsou schématicky zapsány podmínky a průběh odstředivého zvlákňování na laboratorním zařízení na KNT při obvodové rychlosti cca 22 m/s. Jak již bylo řečeno dříve, jednalo se o orientační zvlákňování, aby se zjistilo, je-li vůbec možné polymer zvláknit. Zvlákňování probíhalo při teplotě 20,4 ° C a vlhkosti (RH) 55 %.

Tab. č. 6 - Průběh odstředivého zvlákňování při $v = 22\text{ m/s}$

Mowital B 60 H		Mowital B 60 T	
Roztok	Průběh	Roztok	Průběh
8 hm. %	stříká	8 hm. %	stříká
9 hm. %	vlákna na bubnu	9 hm. %	stříkance
10 hm. %	vlákna na bubnu	10 hm. %	vlákna na bubnu
11 hm. %	vlákna na bubnu	11 hm. %	vlákna na bubnu
12 hm. %	vlákna všude	12 hm. %	vlákna všude
13 hm. %	vlákna všude	13 hm. %	vlákna všude
14 hm. %	vlákna všude	14 hm. %	vlákna všude
15 hm. %	vlákna všude	15 hm. %	vlákna všude

Obecně je možné konstatovat, že roztoky o vyšší koncentraci (13 %, 14 %, 15 %) mají spíše tendenci zvlákňovat v kratší vzdálenosti, než se nachází zábrana, tj. blíže středu, tj. do 10 cm od zvlákňovacího válečku. Naopak u méně koncentrovaných roztoků, zejména 8 % a 9 %, dochází k zachytávání vláken na zábraně. Nicméně u nejméně koncentrovaných roztoků dochází velmi často k tvorbě stříkanců.

Dávkování polymeru je další parametr, který má vliv na vytváření vláken. Pokud dopadne na zvlákňovací disk větší kapka, velmi často dochází k jejímu rozstříknutí a vytvoření malých kapiček na dně vaničky. Zároveň musí kapka dopadnout na střed disku, aby došlo k tvorbě vláken a ne stříkanců. Při opakovaném kapání polymeru na zvlákňovací disk dochází k tvoření tenkého filmu na jeho povrchu, viz obr. č. 25. Stejný jev se objevil také v práci Weitze [13]. Vlivem rychlé rotace se občas uvolní z jeho konců větší chuchvalce, které dopadnou na dno vaničky a nebo se zachytí na zábraně. Tento jev by bylo možné odstranit, pokud by bylo možné polymer dávkovat dovnitř zvlákňovacího disku. V tomto případě by ale musel být zvlákňovací disk dutý a musely by v něm být drobné otvory, ze kterých by mohl být polymer rozstříkáván. Tímto způsobem by se možná podařilo získat vlákna o menších průměrech.

Při tomto experimentu byla vlákna zachytávána na černém papíře, který byl rozprostřen na dně zařízení, tj. ve vodorovné poloze. Polymer byl dávkován do té doby, dokud se nevytvořila vrstvička vláken na papíře. Při obvodové rychlosti 22 m/s se zdá výhodnější, aby byla vlákna sbírána na svisle upevněném kolektoru, protože se vrstva vláken vytvoří dříve.



Obr. č. 25 – Film na zvlákňovacím disku. Pro lepší názornost bylo použito modré barvivo.

4.2.1.2 Zvlákňování při vyšších obvodových rychlostech

Při tomto experimentu se odstředivě zvlákňovalo při přibližně stejných obvodových rychlostech jako na zařízení FiberLab L1000, tj. $v_1 = 41,89 \text{ m/s}$ a $v_2 = 58,64 \text{ m/s}$. Ke zvlákňování byly použity všechny koncentrace polymerních roztoků PVB Mowital B 60 H a PVB Mowital B 60 T. Během experimentu byla $RH = 20 \%$ a teplota vzduchu $21,4^\circ \text{C}$. Průběh zvlákňování zobrazuje tab. č. 7, č. 8, č. 9 a č. 10.

Tab.č. 7 – Průběh zvlákňování při $v = 41,89 \text{ m/s}$, s ohledem na dosah vláken

Obvodová rychlost 41,89 m/s			
Mowital B 60 H		Mowital B 60 T	
Roztok	Průběh	Roztok	Průběh
8 hm.%	vl. se tvoří do 4 cm od disku	8 hm.%	stříkance, téměř žádná vl.
9 hm.%	vl. se tvoří do 5 cm od disku	9 hm.%	stříkance, vl. do 4 cm od disku
10 hm.%	vl. se tvoří do 7 cm od disku	10 hm.%	stříkance, vl. do 10 cm od disku
11 hm.%	vl. se tvoří do 10 cm od disku	11 hm.%	vl. se tvoří do 8 cm od disku
12 hm.%	vl. se tvoří do 12 cm od disku	12 hm.%	vl. se tvoří do 12 cm od disku
13 hm.%	vl. se tvoří do 10 cm od disku	13 hm.%	vl. se tvoří do 12 cm od disku
14 hm.%	vl. se tvoří do 6 cm od disku	14 hm.%	vl. se tvoří do 9 cm od disku
15 hm.%	vl. se tvoří do 6 cm od disku	15 hm.%	vl. se tvoří do 9 cm od disku

Tab. č. 8 - Průběh zvlákňování při $v = 58,64$ m/s, s ohledem na dosah vláken

Obvodová rychlost 58,64 m/s			
Mowital B 60 H		Mowital B 60 T	
Roztok	Průběh	Roztok	Průběh
8 hm. %	vl. unášena na buben	8 hm. %	stříkance, téměř žádná vl.
9 hm. %	vl. se tvoří do 5 cm od disku	9 hm. %	vl. unášena na buben, stříkance
10 hm. %	vl. se tvoří do 8 cm od spin.	10 hm. %	vl. unášena na buben
11 hm. %	vl. se tvoří do 12 cm od disku	11 hm. %	vl. se tvoří do 12 cm od disku
12 hm. %	vl. se tvoří do 15 cm od disku	12 hm. %	vl. se tvoří do 17 cm od disku
13 hm. %	vl. se tvoří do 15 cm od disku	13 hm. %	vl. se tvoří do 12 cm od disku
14 hm. %	vl. se tvoří do 15 cm od disku	14 hm. %	vl. se tvoří do 12 cm od disku
15 hm. %	vl. se tvoří do 15 cm od disku	15 hm. %	vl. se tvoří do 9 cm od disku

Tab. č. 9 – Tvorba vláken při $v = 41,89$ m/s, s ohledem na vytvářené množství a kvalitu

Obvodová rychlost 41,89 m/s			
Mowital B 60 H		Mowital B 60 T	
Roztok	Průběh	Roztok	Průběh
8 hm. %	málo vláken	8 hm. %	stříkance, vl. lze sebrat z bubnu
9 hm. %	málo vláken	9 hm. %	stříkance, vl. lze sebrat z bubnu
10 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	10 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu
11 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	11 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu
12 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	12 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky
13 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	13 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky
14 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky	14 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky
15 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky	15 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky

Tab. č. 10 – Tvorba vláken při $v = 58,64$ m/s, s ohledem na vytvářené množství a kvalitu

Obvodová rychlost 58,64 m/s			
Mowital B 60 H		Mowital B 60 T	
Roztok	Průběh	Roztok	Průběh
8 hm. %	stříkance, vl. lze sebrat z bubnu	8 hm. %	stříkance, vl. lze sebrat z bubnu
9 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu	9 hm. %	stříkance, vl. lze sebrat z bubnu
10 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu	10 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu
11 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	11 hm. %	vl. lze sebrat z bubnu
12 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	12 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky
13 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	13 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky
14 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky	14 hm. %	vl. vrstva na povrchu vaničky
15 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky	15 hm. %	vl. vrstva, objevují se kapičky

Při experimentu byl polymerní roztok nanášen na rotující disk – kapán pomocí skleněné tyčinky. Vytvořená vlákna byla sesbírána buď z bubnu, pokud se jednalo o roztoky o nižších koncentracích (tj. 8 %, 9 %, 10 %). Lze tedy konstatovat, že při zvlákňování méně koncentrovaných roztoků by bylo vhodné použít kolektor umístěný ve vodorovné

poloze. Vlákna se sice tvoří poblíž rotujícího disku, a to přibližně ve vzdálenosti do 6 cm od jeho okraje, ale vlivem působících sil – především díky vzniklému vzdušnému víru, jsou vlákna unášena a zachytávána na buben, který slouží jako kolektor, ale i jako zábrana, aby se vlákna nevříla více do prostoru.

Při zvlákňování roztoků o vyšších koncentracích se vlivem gravitace vytvořila souvislá vlákenná vrstva na povrchu dna vaničky, ve které je umístěna spinnereta a kde tedy dochází k vlastnímu procesu zvlákňování. V daném případě lze konstatovat, že při zvlákňování více koncentrovaných roztoků je vhodnější vlákna sbírat na kolektor umístěný ve vodorovné poloze.

Během zvlákňování se na disku opět tvořil polymerní film, u více koncentrovaných roztoků se jevil i jako více „chlupatější“, ale to je patrně způsobeno tím, že byl film silnější než u roztoků o menších koncentracích (např. 10 %). Oproti předešlému experimentu, kdy zvlákňování probíhalo při obvodové rychlosti cca 22 m/s bylo možné sledovat rozdíl oproti vznikajícímu polymernímu filmu. Při nižší obvodové rychlosti měl vzniklý film bílou barvu, protože se na spinneretě vytvořila velká vrstva filmu. Při vyšších rychlostech, tj. přibližně při 41,89 m/s a 58,64 m/s se film vytvořil v mnohem tenčí vrstvě, takže se jevil jako průhledný. O jeho přítomnosti svědčily právě vyčnívající „chlupy“ (fingers [13]) na okraji spinnerety.

4.2.1.3 Průměry vláken – Mowital B 60 H

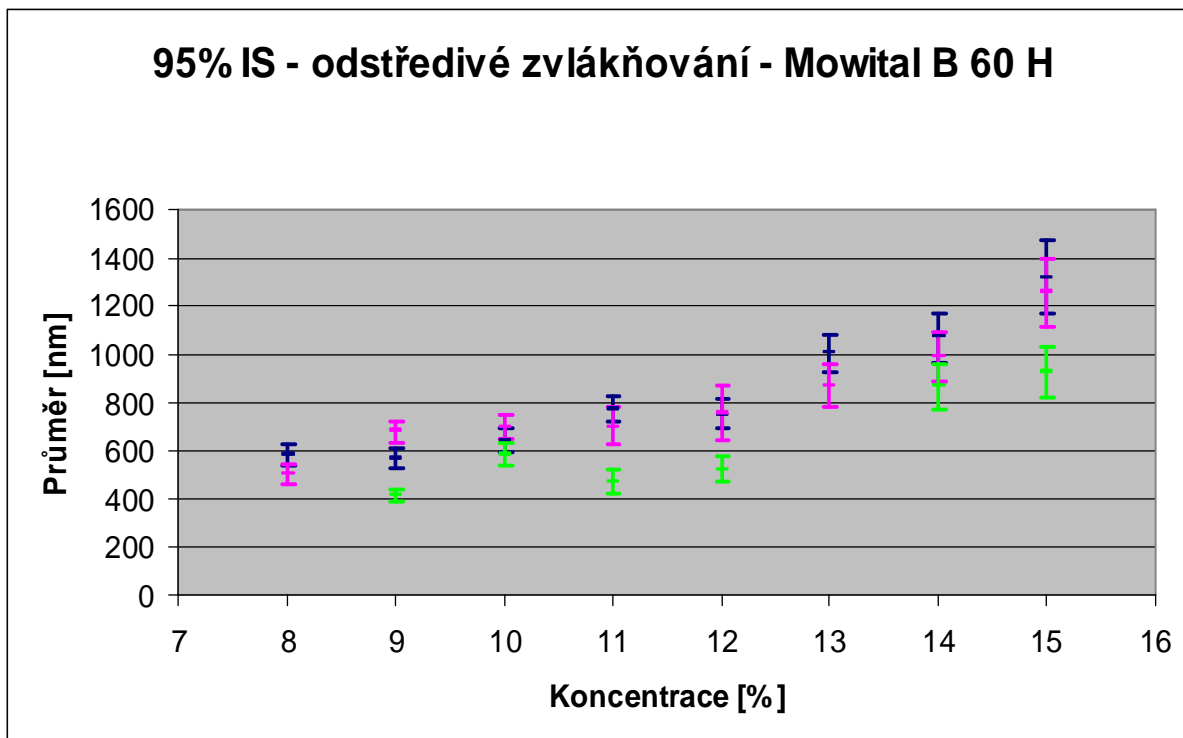
V tab. č. 11 jsou uvedeny některé statistické ukazatele, jako průměrné hodnoty, směrodatné odchylky a také 95% IS střední hodnoty pro polymer Mowital B 60 H při různých obvodových rychlostech.

Tab. č. 11 - Průměry vláken - odstředivé zvlákňování při různých v – Mowital B 60 H. U hodnot, u kterých je pomlčka, nebyla vytvořena dostačující vrstva vláken, která by se dala proměřit.

Mowital B 60 H							
Rychlost	Roztok	\bar{x} [nm]	s [nm]	Min [nm]	Max [nm]	IS dolní	IS horní
22 m/s	8%	-	-	-	-	-	-
	9%	412,33	125,38	189	1112	387,455	437,205
	10%	581,75	250,79	189	1444	531,993	631,507
	11%	470,46	259,80	83	1424	418,916	522,004
	12%	522,51	265,09	149	1971	469,916	575,104
	13%	-	-	-	-	-	-
	14%	865,01	474,31	317	2372	770,907	959,113
	15%	926,64	521,99	263	2619	823,077	1030,203
$v = 41,89$ m/s	8%	504,39	215,05	105	1074	461,724	547,056
	9%	679,51	225,26	331	1415	634,818	724,202
	10%	698,21	264,48	262	1483	645,737	750,683
	11%	906,70	396,54	316	2592	828,026	985,374
	12%	978,57	570,72	148	2279	865,339	1091,801
	13%	867,76	436,46	261	2430	781,166	954,354
	14%	1014,48	506,57	262	2358	913,927	1114,983
	15%	1425,77	716,63	445	6133	1283,591	1567,949
$v = 58,64$ m/s	8%	581,72	233,68	262	1415	535,358	628,082
	9%	569,46	198,71	157	1310	530,036	608,884
	10%	638,11	242,90	234	1374	589,919	686,301
	11%	774,41	263,61	314	2071	722,110	826,110
	12%	749,32	317,05	267	1938	686,417	812,223
	13%	1004,60	382,91	216	2210	928,631	1080,569
	14%	1068,60	520,24	370	3561	965,384	1171,816
	15%	1317,51	750,52	370	4505	1168,607	1466,413

Pokud bychom sledovali závislost rychlosti na velikosti průměrů vláken, nelze učinit žádný zobecňující závěr. Při nejnižší rychlosti, tj. 22 m/s byly naměřeny nejnižší hodnoty průměrů vláken. Při rychlosti nejvyšší, tj. 58,64 m/s byly v polovině případů naměřeny průměry nejvyšší. Pro lepší názornost je tato závislost vykreslena pomocí 95% IS střední hodnoty v grafu č. 3, kde zelená barva odpovídá rychlosti 22 m/s, růžová 41,89 m/s a tmavě modrá rychlosti 58,64 m/s. Z grafu je patrné, že při rychlostech 41,89 m/s a 58,64 m/s dochází téměř u všech roztoků k překrývání IS. Toto je důsledkem velké variability naměřených hodnot průměrů vláken. Z grafu je patrné, že se vzrůstající koncentrací polymerního roztoku dochází ke zvyšování variability

naměřených průměrů a to se odráží i v širších mezích IS. Zároveň lze vypožorovat, že při vyšších koncentracích polymerního roztoku jsou zpravidla získána vlákna s větším průměrem.



Graf č. 3 - 95% IS střední hodnoty průměrů vláken při různých rychlostech – Mowital B 60 H. Zelenou barvou jsou znázorněny IS pro rychlost 22 m/s, růžovou pro 41,89 m/s a modrou 58,64 m/s.

4.2.1.4 Průměry vláken Mowital B 60 T

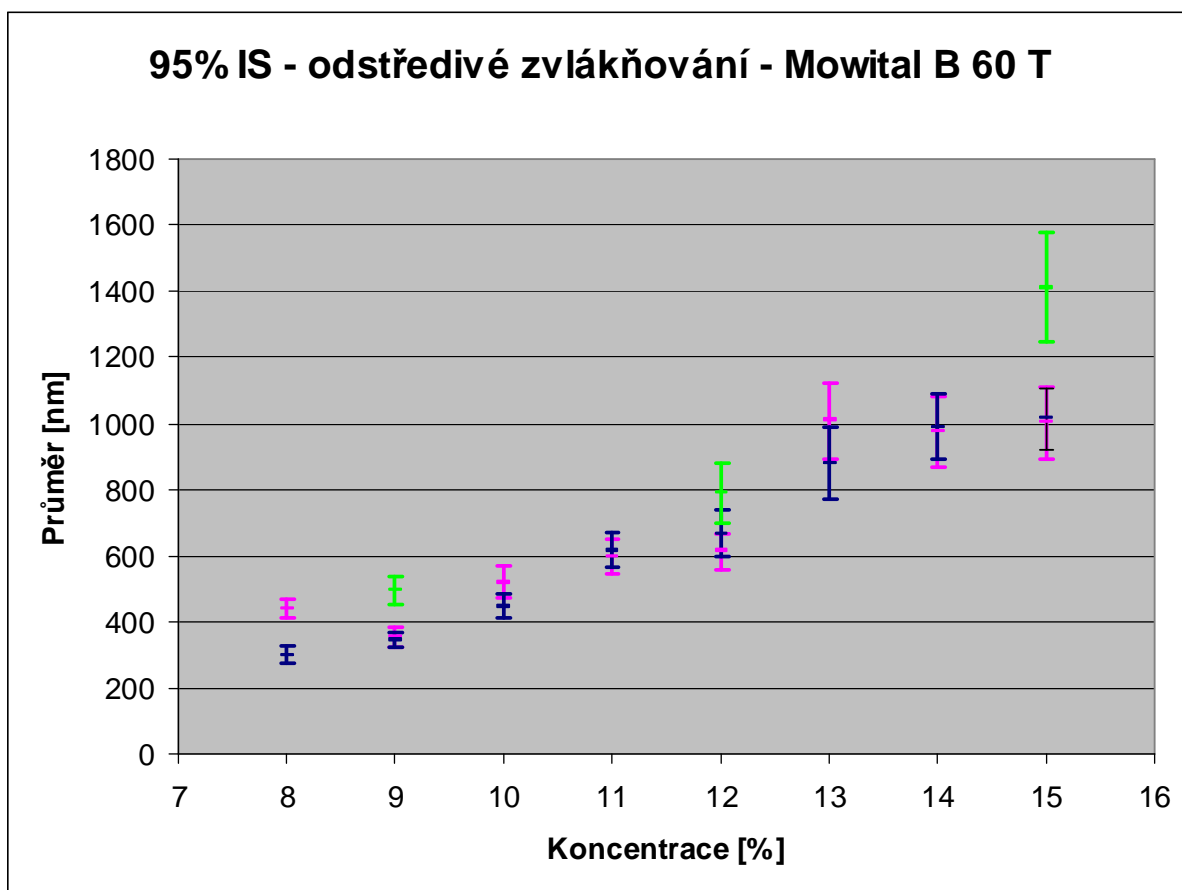
V tab. č. 12 jsou uvedeny základní statistické proměnné pro druhý typ polymeru.

Tab. č. 12 - Průměry vláken odstředivé zvlákňování při různých v – Mowital B 60 T. U hodnot, u kterých jsou pomlčky, se nepodařilo vytvořit vrstvu vláken, která by se dala proměřit.

Mowital B 60 T							
Rychlost	Roztok	\bar{x} [nm]	s [nm]	Min [nm]	Max [nm]	IS dolní	IS horní
$v = 22$ m/s	8%	-	-	-	-	-	-
	9%	494,24	217,73	117	1514	451,042	537,438
	10%	-	-	-	-	-	-
	11%	-	-	-	-	-	-
	12%	790,50	464,83	298	3107	698,278	882,722
	13%	-	-	-	-	-	-
	14%	-	-	-	-	-	-
	15%	1411,78	839,55	223	4354	1245,213	1578,347
$v = 41,89$ m/s	8%	439,94	152,87	211	850	409,410	470,270
	9%	353,55	149,07	118	816	323,975	383,125
	10%	521,70	235,44	74	1508	474,989	568,411
	11%	596,09	253,41	268	1811	545,813	646,367
	12%	613,07	274,06	158	1483	558,696	667,444
	13%	1008,27	574,91	320	2785	894,208	1122,332
	14%	975,97	535,89	235	2668	869,649	1082,291
	15%	1002,46	552,83	298	3579	892,779	1112,141
$v = 58,64$ m/s	8%	301,54	123,49	132	683	277,040	326,040
	9%	344,16	127,49	95	709	318,866	369,454
	10%	448,36	190,59	118	1096	410,547	486,173
	11%	617,35	274,54	185	1646	562,881	671,819
	12%	668,39	343,68	83	2003	600,204	736,576
	13%	878,20	538,09	166	4191	771,443	984,957
	14%	989,06	492,41	210	2853	891,366	1086,754
	15%	1013,30	466,94	335	2599	920,659	1105,941

Z tab. č. 12 je zřejmé, že se nepodařilo při nejnižší rychlosti, tj. 22 m/s, naměřit u všech roztoků průměry vláken. Pokud bychom sledovali závislost koncentrace polymerního roztoku na průměrech vláken, je možné z tabulky vysledovat trend, že se vzrůstající koncentrací se zvyšují jednak průměry vláken, pak variabilita a díky tomu i meze IS.

V grafu č. 4 jsou pro lepší názornost zobrazeny 95% IS střední hodnoty průměrů vláken. Zelená barva představuje rychlost 22 m/s, růžová 41,89 m/s a tmavě modrá 58,64 m/s. Z grafu je patrné, že od koncentrace polymerního roztoku 12 % se výrazně zvýšila variabilita.



Graf č. 4 - 95% IS střední hodnoty průměrů vláken při různých rychlostech – Mowital B 60 T. Zelená barva představuje IS pro rychlost 22 m/s, růžová pro 41,89 m/s a modrá pro rychlost 58,64 m/s.

Pokud bychom porovnávali oba typy polymeru PVB, tak nejnižší průměrná hodnota rozměrů vláken byla naměřena u polymeru Mowital B 60 T. Pokud bychom to podrobně sledovali, tak při zvlákňování nejvyšší rychlostí (58,64 m/s) roztoku o nejnižší koncentraci (8 %) byla naměřena průměrná hodnota 301,54 nm. Naopak nejvyšší průměrná hodnota byla naměřena u nejvyšší koncentrace (15 %) polymeru Mowital B 60 H zvlákněného obvodovou rychlostí 41,89 m/s, a to 1425,77 nm. Velká variabilita se ovšem projevuje u obou polymerů. U obou polymerů lze naměřit i průměry pod 100 nm, ale dokonce i průměr přes 6 μm . Velká variabilita je způsobena jednoduchým způsobem zvlákňování, kdy je polymer kapán na rotující váleček.

V tabulkách v *Příloze* jsou uvedeny relativní četnosti průměrů vláken vyrobených při různých obvodových rychlostech pro oba typy polymeru ve třídách o rozsahu 200 nm. Tabulky jsou uvedeny pro ilustraci a aby poukázaly na to, že i technologií odstředivého zvlákňování, která je navíc realizována velmi primitivním způsobem, lze vyrábět vlákna v rozměrech nanometrů. Vlákna se sice vyznačují vysokou variabilitou průměrů, ale i

přesto je přes 50 % všech vláken zastoupeno ve třídách do $1\ \mu\text{m}$. Pro všechny typy polymerních roztoků platí, že čím nižší je koncentrace polymeru v roztoku, tím více vláken je zastoupeno ve třídách do $1\ \mu\text{m}$. Při nízkých koncentracích polymeru dosahuje téměř 90 % - 100 % vyrobených vláken rozměrů do $1\ \mu\text{m}$.

4.2.2 Odstředivé zvlákňování na zařízení FiberLab L1000

Ve společnosti Pardam byly zvlákňovány polymerní roztoky PVB-H při různých obvodových rychlostech. V tab. č. 13 jsou uvedeny průměry získaných vláken.

Tab. č. 13 - Odstředivé zvlákňování – FiberLab L1000

Rychlost [m/s]	Roztok	\bar{x} [nm]	s [nm]	Min [nm]	Max [nm]	IS dolní	IS horní
41,89	9 %	672,28	346,90	201	2313	603,455	741,105
	10 %	642,01	290,83	189	1727	584,309	699,711
	11 %	836,17	448,47	200	2260	747,194	925,146
	12 %	1054,71	779,96	354	5532	899,966	1209,454
	13 %	856,53	347,48	224	1881	787,590	925,470
	15 %	861,66	328,22	372	2127	796,541	926,779
58,64	9 %	694,69	451,70	185	2917	605,073	784,307
	10 %	724,37	344,51	210	1970	656,019	792,721
	11 %	965,27	421,18	316	2055	881,708	1048,832
	12 %	1007,00	458,19	186	2584	916,095	1097,905
	13 %	1024,45	629,34	331	4089	899,589	1149,311
	15 %	-	-	-	-	-	-
100,53	15 %	1574,20	858,07	321	4159	1403,959	1744,441

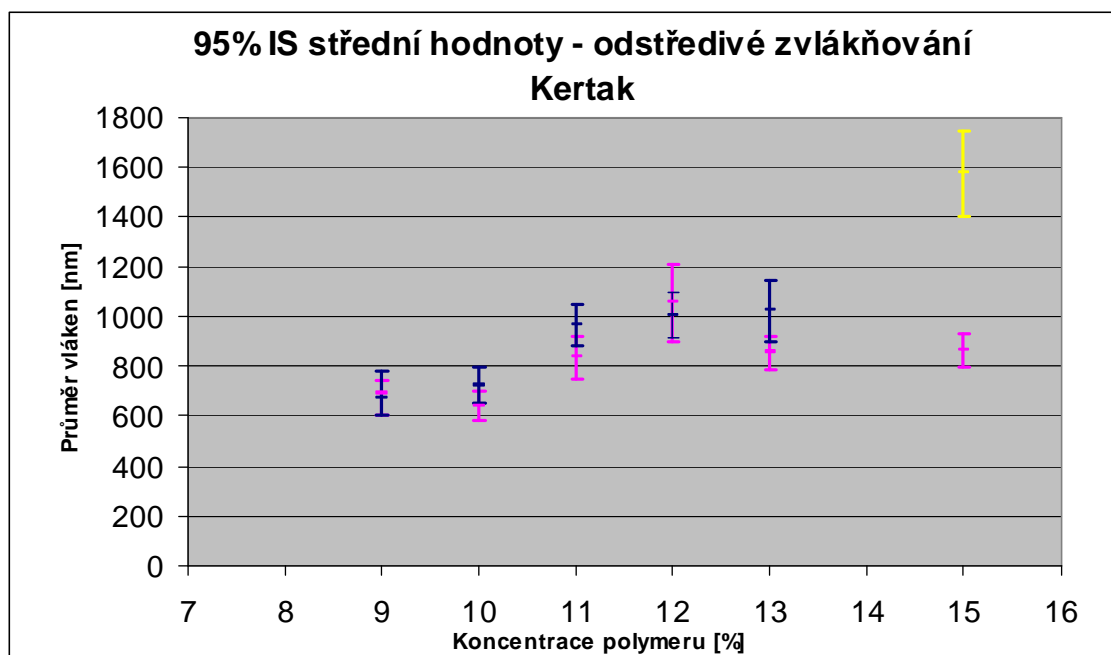
Jak ukazuje tab. č. 13, na zařízení se zvlákňovalo ve třech rychlostech, a to $v_1 = 41,89\ \text{m/s}$, $v_2 = 58,64\ \text{m/s}$ a $v_3 = 100,53\ \text{m/s}$ (maximální rychlost, při které lze zvlákňovat na zařízení Fiberio L – 1000 M). Při experimentu bylo zkoušeno, zda je možné zvláknit i 9% polymerní roztok PVB – H, při maximálních rychlosti, tj. $100,53\ \text{m/s}$, to se ale nepodařilo. Při zvlákňování polymerních roztoků PVB – H o koncentracích 9 % a 10 % se při obvodových rychlostech $v_1 = 41,89\ \text{m/s}$ a $v_2 = 58,64\ \text{m/s}$ objevovaly kapičky nezvlákněného polymeru.

Z tab. č. 13 je patrné, že při nižších obvodových rychlostech jsou získána vlákna o nižších průměrech. Toto neplatí pouze u PVB – H o koncentraci 12 %, kde byly naměřeny nižší hodnoty průměrů při vyšších rychlostech. Pokud bychom chtěli získat

vlákna o nižších průměrech, je vhodné použít polymerní roztoky o nižších koncentracích, v tomto případě 9 %, 10 %, případně ještě 11 %. U uvedených koncentrací se podařilo naměřit nejmenší průměry vláken okolo hodnoty 200 nm. Na druhou stranu je nutné poukázat na to, že rozmezí průměrů vláken je poměrně široké, jelikož maximální naměřené hodnoty se pohybují u nižších koncentrací kolem 2 μm , ale u koncentrací vyšších dosahují i hodnot přes 5 μm . To je způsobeno patrně tím, že poté, co je nadávkován polymer a nastavena rychlost, dochází ihned ke zvlákňování, takže se začínají tvořit vlákna už při nižších rychlostech.

V grafu č. 5 jsou zobrazeny 95% IS střední hodnoty z naměřených hodnot průměrů vláken. Z grafu je patrné, že se zvyšující se koncentrací polymerů se zvyšuje i střední hodnota průměrů vláken. V grafu jsou různými barvami znázorněny obvodové rychlosti, a to tmavě modrou rychlost 41,89 m/s, růžovou 58,64 m/s a zelenou rychlost 100,53 m/s.

Pokud bychom sledovali závislost velikosti průměru vláken na obvodové rychlosti zvlákňování, můžeme tvrdit, že s narůstající rychlostí zvlákňování dochází ke zvyšování střední hodnoty průměrů vláken. Pouze u koncentrace polymeru 12 % je střední hodnota průměru vláken vyšší pro obvodovou rychlost 41,89 m/s. Ve všech případech však dochází k překrývání IS.



Graf č. 5 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken FiberLab L1000. Růžovou barvou je znázorněna rychlost 41,89 m/s, modrou 58,64 m/s a žlutou 100,53 m/s.

4.2.2.1 Průměry vláken vyrobených odstředivým zvlákňováním

Pokud bychom porovnávali průměry vláken vyrobených na laboratorním zařízení a na zařízení FiberLab L1000, dojdeme k překvapujícímu zjištění. Asi bychom očekávali, že vlákna vyrobená na FiberLab L1000 budou mít díky speciální spinneretě ve všech případech nižší průměry než vlákna vyrobená na laboratorním zařízení, kde se zvlákňuje pouze pomocí kapání polymerního roztoku na rotující disk. Při rychlosti $41,89 \text{ m/s}$ tento předpoklad platí, pouze ve dvou případech byly naměřené průměry nižší u laboratorního zařízení. U rychlosti $58,64 \text{ m/s}$ jsou ale nižší průměry vláken získány při zvlákňování na laboratorním zařízení. Existuje několik odlišností mezi oběma způsoby odstředivého zvlákňování, které mohou ovlivnit (zkreslit) výsledky měření. Jedná se např. o tyto důvody:

1. Vyrobit větší množství vláken, která by byla nasnímaná na SEM a pak pomocí systému obrazové analýzy by byla vlákna proměřena. Jednalo by se ovšem o tisíce měření a ne pouze o 100 hodnot. Díky tomu by byl eliminován i výskyt vybočujících měření, která jinak vedou ke zvyšování variability.
2. Vyrobit větší vrstvu vláken. V případě laboratorního zařízení, byla vyrobena velká vrstva vláken, která byla následně pomocí izolepy připevněna na terčík, který se používá pro snímání na SEM. V případě vláken vytvořených na FiberLab L1000 ovšem nebyla vrstva na terčíku tak velká, takže docházelo k tomu, že se jemná vlákna zalepila do izolepy a podařilo se proměřit spíše vlákna o větších průměrech. Toto se ovšem stávalo i u vláken vyrobených na laboratorním zařízení.
3. Je nutné zohlednit i další vlivy, jako je např. kvalita snímání na SEM. Ne vždy se podařilo zvětšení snímku 10 000 krát, protože při tomto zvětšení nebylo možné vzorek dokonale zaostřit. Další možností je i to, že při zvlákňování na FiberLab L1000 se nejprve dávkuje polymer, pak se nastaví rychlost a teprve potom dochází k „roztáčení“ spinnerety, vlákna ale vznikají už při nižších rychlostech otáčení.
4. Způsob dávkování polymerního roztoku na laboratorním zařízení, kdy byl roztok nakapáván z výšky přibližně 30 cm , takže již během dopadávání polymeru na zvlákňovací disk docházelo k vypařování rozpouštědla. Proto by bylo příště vhodnější roztok dávkovat přímo na disk.

5. Kolektory pro sbírání vláken. Na FiberLab L1000 jsou umístěny „spacery“, ze kterých lze sesbírat vyrobená vlákna. V případě laboratorního zařízení, lze vlákna sesbírat buď z bubny umístěného ve svislé poloze, nebo ze dna vaničky, ve které je zvlákňovací disk umístěn, a to v libovolné závislosti od zvlákňovacího disku.

V *Příloze* jsou uvedeny tabulky relativních četnosti zastoupení vláken z odstředivého zvlákňování na FiberLab L1000 v jednotlivých třídách o rozsahu 200 nm. Nejvíce vláken se pohybuje v rozmezí 400 – 1000 nm. Stejně jako u odstředivého zvlákňování na laboratorním zařízení platí i zde, že z roztoků o nižších koncentracích polymeru (9 %, 10 %) lze vyrobit vlákna do 1 μ m, a to s pravděpodobností kolem 90 %.

4.3 Elektrostatické zvlákňování

Experiment byl realizován zvlákňováním z volné hladiny – z tyčinky. Vzdálenost elektrod byla 12 cm a tyčinka byla napojena na kladný zdroj vysokého napětí. V tabulkách č. 14 a č. 15 jsou zobrazeny hodnoty kritického elektrického napětí [kV], při kterých se začínaly tvořit Taylorovy kužely a docházelo ke zvlákňování.

Tab. č. 14 – Hodnoty kritického napětí při elektrostatickém zvlákňování 1

Mowital B 60 H			
Roztok	Napětí [kV]	RH [%]	Teplota [°C]
8 hm. %	13,8	41	19,5
9 hm. %	13,0	41	19,5
10 hm. %	11,9	44	19,4
11 hm. %	11,1	44	19,4
12 hm. %	10,5	44	19,4
13 hm. %	12,0	44	19,5
14 hm. %	10,2	44	19,6
15 hm. %	12,0	45	19,7

Tab. č. 15 – Hodnoty kritického napětí při elektrostatickém zvlákňování 2

Mowital B 60 T			
Roztok	Napětí [kV]	RH [%]	Teplota [°C]
8 hm. %	12,5	45	19,7
9 hm. %	12,8	44	19,8
10 hm. %	12,0	44	19,8
11 hm. %	11,9	45	19,8
12 hm. %	12,2	44	19,9
13 hm. %	12,0	41	19,8
14 hm. %	12,1	40	19,6
15 hm. %	12,1	40	19,6

U nejméně koncentrovaných roztoků (8 %) se vytvořila pouze slabá vrstva vláken, aby ale došlo ke zvlákňování, muselo být nastaveno vyšší napětí. Podobná situace nastala také u nejvíce koncentrovaných roztoků (13 %, 14 %, 15 %). Z těchto roztoků se opět vytvořila velmi slabá vrstva vláken. Při procesu zvlákňování bylo možné sledovat, jak se zvyšujícím se napětím dochází k deformaci kapky a začínají se tvořit „paprsky“ Taylorových kuželů. Ty ovšem někdy ztuhly a vlákna se tak v tomto místě přestala tvořit.

Nejlépe probíhalo zvlákňování u roztoků 10 %, 11 % a 12 %. V těchto případech se vytvořilo nejvíce vláken ve vláknenných vrstvách a hodnoty kritického elektrického napětí se pohybovaly na nižších úrovních. Zajímavé je i to, že u koncentrací se lišily hodnoty kritického elektrického napětí mezi oběma typy polymeru. U Mowitalu B 60 H byl zaznamenán daleko vyšší rozptyl v hodnotách napětí než u Mowitalu B 60 T.

4.3.1 Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování

V tab. č. 16 jsou uvedeny některé statistické ukazatele vyrobených vláken.

Tab. č. 16 – Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování – Mowital B 60 H

Roztok	\bar{x} [nm]	s [nm]	Min [nm]	Max [nm]	IS dolní	IS horní
8 hm. %	491,43	134,10	224	846	464,825	518,035
9 hm. %	368,21	130,81	166	803	342,257	394,163
10 hm. %	392,98	123,35	132	686	368,507	417,453
11 hm. %	418,97	111,29	192	774	396,890	441,050
12 hm. %	495,81	160,56	213	1090	463,955	527,665
13 hm. %	555,35	175,76	158	960	520,479	590,221
14 hm. %	600,24	263,20	192	1462	548,021	652,459
15 hm. %	635,41	276,65	200	1920	580,523	690,297

Z hodnot průměrů vláken uvedených v tab. č. 16 lze říci, že i u elektrostatického zvlákňování má zásadní vliv na velikosti průměrů vláken koncentrace polymeru. Z tabulky je možné pozorovat, že se vzrůstající hodnotou koncentrace polymeru se zvyšuje i střední hodnota průměrů vláken. Ve většině případů ještě platí, že s vyšší koncentrací polymeru se zvyšuje i směrodatná odchylka. To se dělo i při odstředivém zvlákňování, ovšem s tím rozdílem, že u elektrostatického zvlákňování nejsou pozorovány tak velké výkyvy v hodnotách průměrů vláken.

V tab. č. 17 jsou uvedeny některé statistické ukazatele pro Mowital B 60 T.

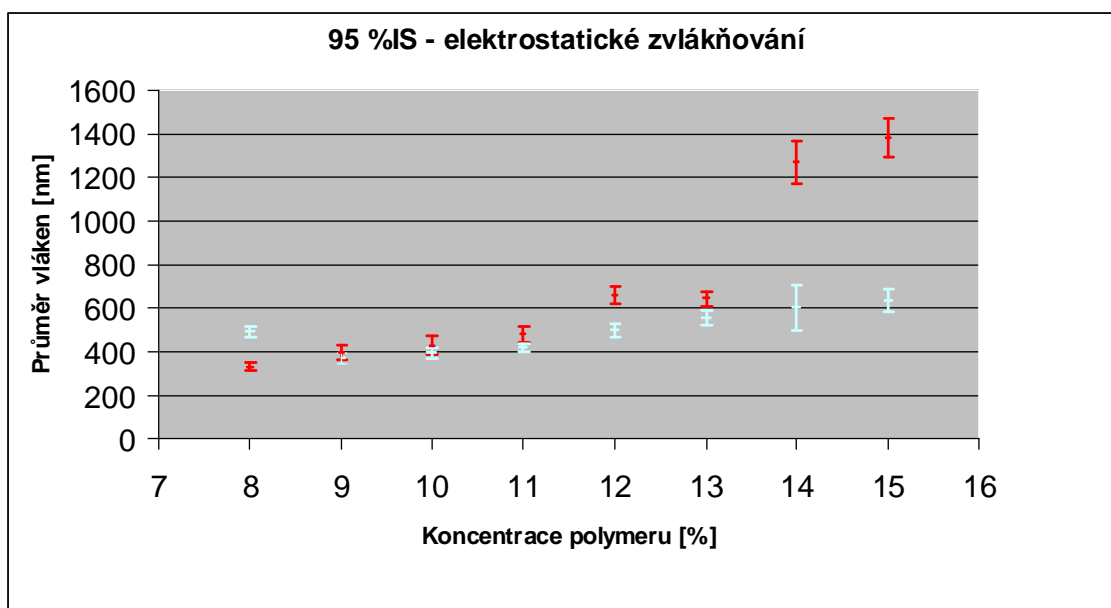
Tab. č. 17 – Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování – Mowital B 60 T

Polymer	\bar{x} [nm]	s [nm]	Min [nm]	Max [nm]	IS dolní	IS horní
8 hm. %	329,79	83,24	131	606	313,275	346,305
9 hm. %	394,90	171,06	176	1260	359,982	429,818
10 hm. %	428,79	111,11	211	765	386,928	470,652
11 hm. %	480,10	171,04	135	1067	446,166	514,034
12 hm. %	659,71	192,65	283	1087	621,488	697,932
13 hm. %	642,22	184,77	149	1236	605,562	678,878
14 hm. %	1268,22	505,34	541	2935	1167,960	1368,480
15 hm. %	1378,70	455,80	570	2939	1288,269	1469,131

V tab. č. 17 můžeme pozorovat stejnou závislost zvyšujících se průměrů vláken, jako je tomu v tab. č. 16. Z tab. č. 17 je patrné, že nejvyšší koncentrace polymeru – tj. 14 % a 15 % se značně odchýlily hodnoty průměrů vláken, z tohoto důvodu se také zvýšila směrodatná odchylka. U obou koncentrací byly naměřeny vůbec nejvyšší hodnoty průměru vláken, které se blížily téměř ke 3 μm . Je možné, že se při zvlákňování projeví vnější podmínky, zejména RH. U Roztoku 14 % a 15 % byla změřena nejnižší hodnota, a to 40 %

Pokud bychom porovnávali velikosti průměrů vláken mezi oběma polymery, můžeme pozorovat, že pro koncentrace 8 % a 9 % byly naměřeny nižší hodnoty u polymeru Mowital B 60 T. Ovšem u všech ostatních koncentrací byly u polymeru Mowital B 60 H získány nižší průměry vláken. Největší rozdíly mezi průměry byly zaznamenány právě u nejvyšších koncentrací – 14 % a 15 %, kde rozdíly byly téměř 1 μm a 1,5 μm .

V grafu č. 6 jsou znázorněny 95% intervaly spolehlivosti (IS) střední hodnoty pro oba polymery.



Graf č. 6 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken z elektrostatického zvlákňování – červenou barvou je znázorněn IS pro Mowital B 60 T světlou barvou IS pro Mowital B 60 H.

Z grafu č. 6 je možné u obou polymerů pozorovat závislost, jak se zvyšující se koncentrací dochází k růstu průměrů vláken a také k rozšiřování mezí IS. U Mowitalu B 60 T je vidět, že došlo k výraznému odchýlení polymerů o koncentracích 14 % a 15 %.

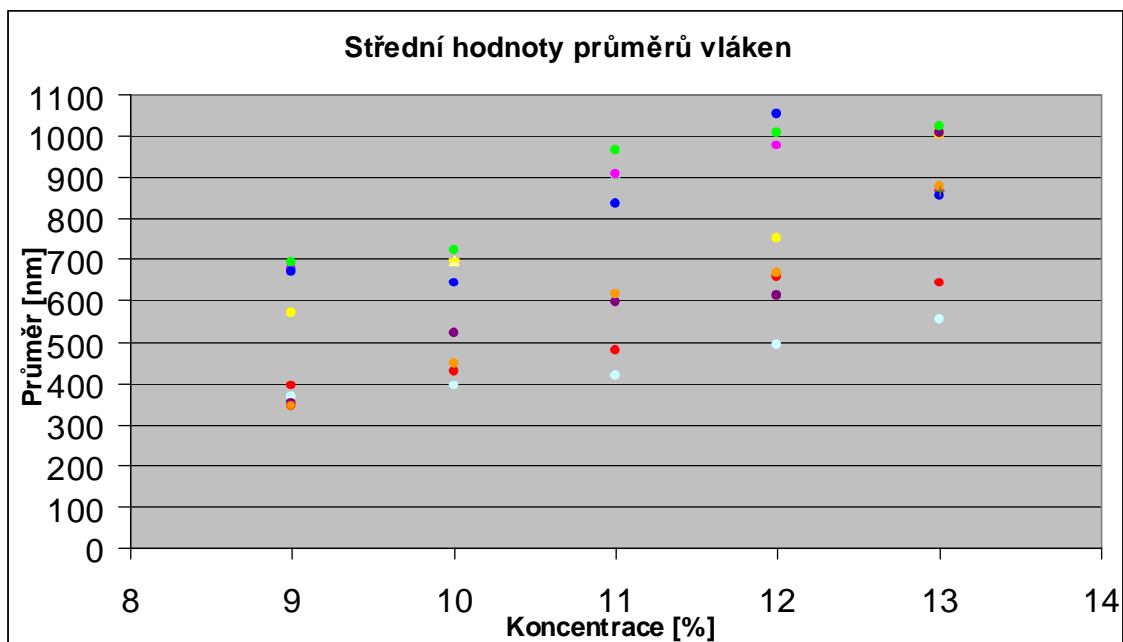
V tabulkách v části *Příloha* jsou uvedeny relativní četnosti zastoupení průměrů vláken pro polymery Mowital B 60 H a Mowital B 60 T. Pro druhý zmíněný polymer byly naměřeny větší rozdíly mezi jednotlivými průměry, nejvyšší hodnoty průměrů dosahují téměř 3 μm , nejnižší hodnoty se pohybují do 200 nm.

U vláken vyrobených elektrostatickým způsobem, viz tab. č. 28 a č. 29, lze očekávat, že budou mít průměry do 1 μm všechny koncentrace polymerních roztoků. Pouze u Mowitalu B 60 T jsou průměry vláken u koncentrací 14 % a 15 % daleko více rozptýleny a dosahují hodnot až 3 μm .

4.4 Střední hodnoty průměrů vláken zvlákněných různými způsoby

Na grafu č. 7 jsou zobrazeny střední hodnoty vláken zvlákněných různými způsoby, tj. elektrostaticky, odstředivě na laboratorním zařízení a na zařízení FiberLab L1000 při rychlostech 41,89 m/s a 58,64 m/s. Hodnoty jsou znázorněny pro koncentrace polymerních roztoků v rozmezí od 9 % do 13 %. Z grafu je patrné, že nejnižší hodnoty se podařilo naměřit u polymeru Mowital B 60 H zvlákněného elektrostaticky. Nízké hodnoty průměrů vláken byly naměřeny i u Mowitalu B 60 T zvlákněného elektrostaticky a odstředivě na laboratorním zařízení při rychlosti 58,64 m/s. Zajímavé

je, že nejvyšší hodnoty byly naměřeny u Mowitalu B 60 H zvlákněného nejvyšší rychlostí (58,64 m/s) na zařízení FiberLab L1000. Je možné říci, že samoorganizace, ke které dochází během rotování zvláknovacího disku, vede ke stejným průměrům vláken, jako při zvláknování pomocí speciální spinnerety.



Graf č. 7 – Střední hodnoty průměrů vláken zvlákněnými elektrostaticky a odstředivě při různých rychlostech a koncentracích. Růžově znázorněn Mowital B 60 H při rychlosti 41,89 m/s, žlutě Mowital B 60 H při 58,64 m/s, fialově Mowital B 60 T při 41,89 m/s, žluto-oranžově Mowital B 60 T při 58,64 m/s, modře Mowital B 60 H zvlákněný na FiberLab L1000 při rychlosti 41,89 m/s, zeleně Mowital B 60 H zvlákněný na FiberLab L1000 při 58,64 m/s, červeně Mowital B 60 T zvlákněný elektrostaticky a světlou barvou Mowital B 60 H zvlákněný elektrostaticky.

V grafu, č. 7 dochází k překrývání některých středních hodnot, např. u koncentrace 10% se překrývají střední hodnoty Mowitalu B 60 H zvlákněného při rychlostech 41,89 m/s a 58,64 m/s. Obecně platí, že s rostoucí koncentrací se zvyšuje i střední hodnota vláken.

Pokud bychom porovnávali vliv rychlosti zvláknování na velikosti průměrů vláken, tak lze pozorovat rozdíl mezi oběma typy použitých polymerů. U Mowitalu B 60 H se podařilo při nejnižší rychlosti zvláknování, tj. 22 m/s vyrobit vlákna s nižším průměrem. U Mowitalu B 60 T byla naopak při nejnižší rychlosti vyrobena vlákna s největším průměrem. U obou vyšších rychlostí, a to 41,89 m/s a 58,64 m/s se téměř vždy překrývaly 95% IS střední hodnoty průměrů vláken. Další zajímavostí je i to, že u Mowitalu B 60 T byla při vyšších rychlostech zvlákněna jemnější vlákna než u druhého polymeru. Naopak při rychlosti 22 m/s byla u Mowitalu B 60 H získána vlákna s menšími průměry než u Mowitalu B 60 T. Ve společnosti Pardam byl zvláknován

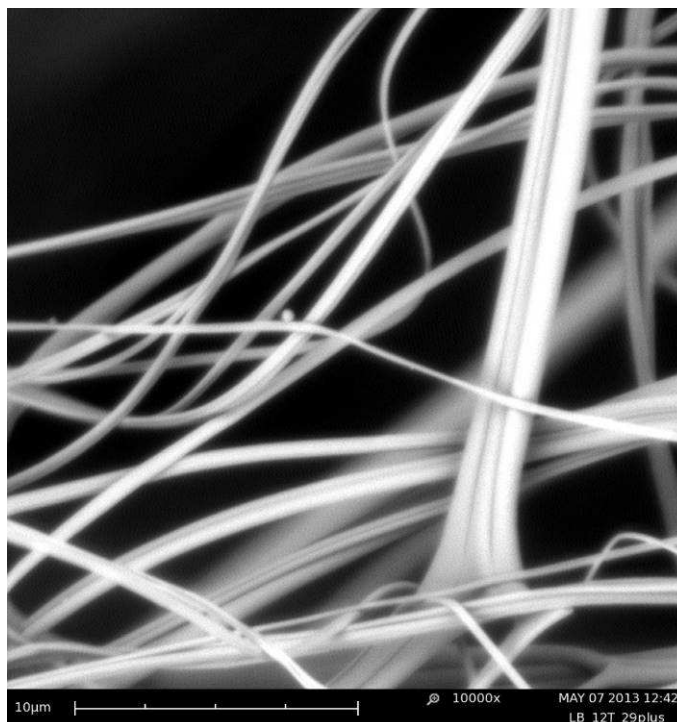
pouze polymer Mowital B 60 H a také zde se prokázalo, že při vyšších rychlostech se u daného polymeru tvoří hrubší vlákna.

Při elektrostatickém zvlákňování byl rovněž pozorován rozdíl mezi oběma polymery. U Mowitalu B 60 H byly s výjimkou nejnižší koncentrace (8 %) naměřeny nižší průměry než u druhého polymeru. U nejvyšších koncentrací Mowitalu B 60 T (14 %, 15 %) byla získána nejhrubší vlákna, jejichž průměry se blížily 3 μm .

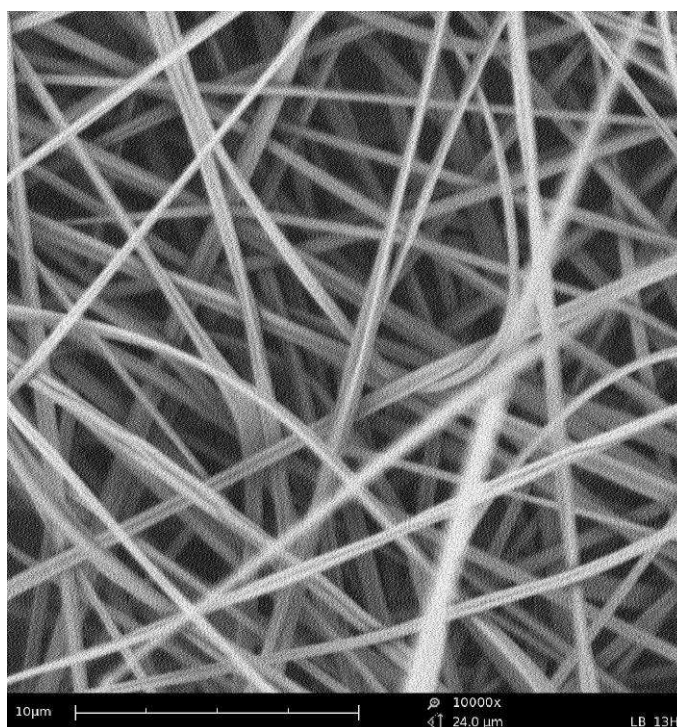
Kdybychom sledovali, jak se liší průměry vláken vyrobených na laboratorním zařízení a na FiberLab L1000, asi bychom očekávali, že u profesionálního zařízení budou vyrobena vlákna s nižšími průměry díky speciální spinneretě. U nižší rychlosti 41,89 m/s toto platí. U nejvyšší rychlosti už ne. Jako možné vysvětlení lze uvést, že u laboratorního zařízení byl polymer dávkován přímo na váleček až když rotoval požadovanou rychlostí. Zároveň byl roztok kapán přibližně z výšky 30 cm, takže již před dopadem kapky polymeru na váleček docházelo k vypařování rozpouštědla. Na zařízení FiberLab L1000 je nejprve polymerní roztok dávkován do spinnerety, pak je nastavena rychlost a poté dochází k roztáčení spinnerety a vlastnímu zvlákňování. Vlákna se ale tvoří i při nižších rychlostech. Pro přesnější výsledky by ovšem bylo nutné proměřit daleko více vláken.

4.5 Morfologie vyrobených vláken

U všech vyrobených vláken můžeme sledovat velmi zajímavé rýhované příčné profily, které se jeví, jako by se dvě a více vláken spojila dohromady, tento jev se označuje také jako provazy (ropes) viz obr. č. 26. Na obrázcích můžeme sledovat, jak u některých silnějších vláken dochází k jejich dělení a vznikají vlákna jemnější, ale i přesto zůstávají příčně profilovaná. S největší pravděpodobností je to příčinou vybraného polymeru polyvinylbutyralu, protože úplně stejné profily lze sledovat i u vláken vytvořených elektrostatickým zvlákňováním, jako např. na obr. č. 27.

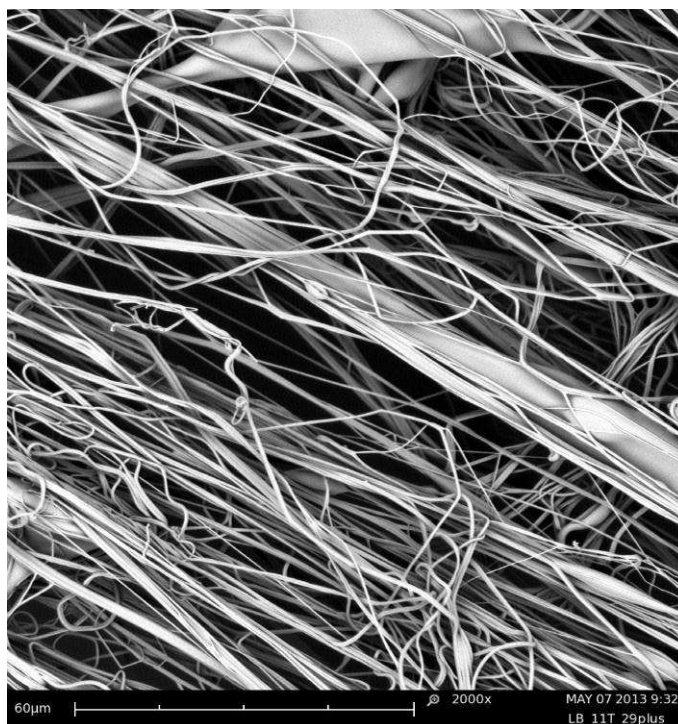


Obr. č. 26 – Rýhování vláken – odstředivé zvlákňování. Tento projev vláken u zvlákňování je někdy označován jako provazy. Na obrázku je vidět, že jsou téměř všechna vlákna rýhovaná, jako by byla spojena z více vláken.

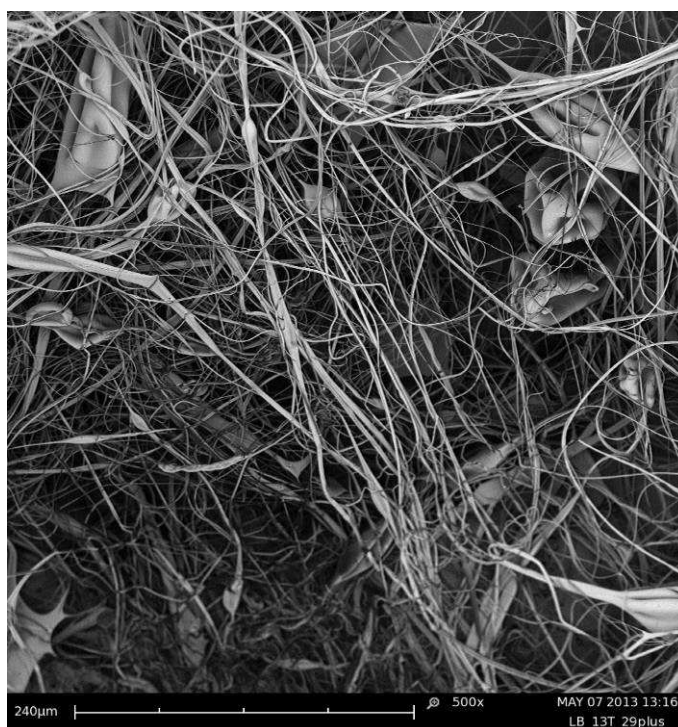


Obr. č. 27 – Rýhování vláken – elektrostatické zvlákňování. Z obrázku je zřejmé, že k rýhování vláken dochází i při elektrostatickém zvlákňování. Zřejmě to způsobuje použitý polymer.

Při menším zvětšení jsou vlákna nahodile orientována a různě se proplétají, viz obr. č. 29, ale objevují se i úseky, kde jsou vlákna urovnaná, což je patrné z obr. č. 28.



Obr. č. 28 – Urovnaná vláknenná vrstva – odstředivé zvlákňování. Vláknenná vrstva je v tomto případě orientovaná přibližně stejným směrem. Opět je na obrázku znatelné rýhování vláken. Objevují se i defekty v podobě perliček.

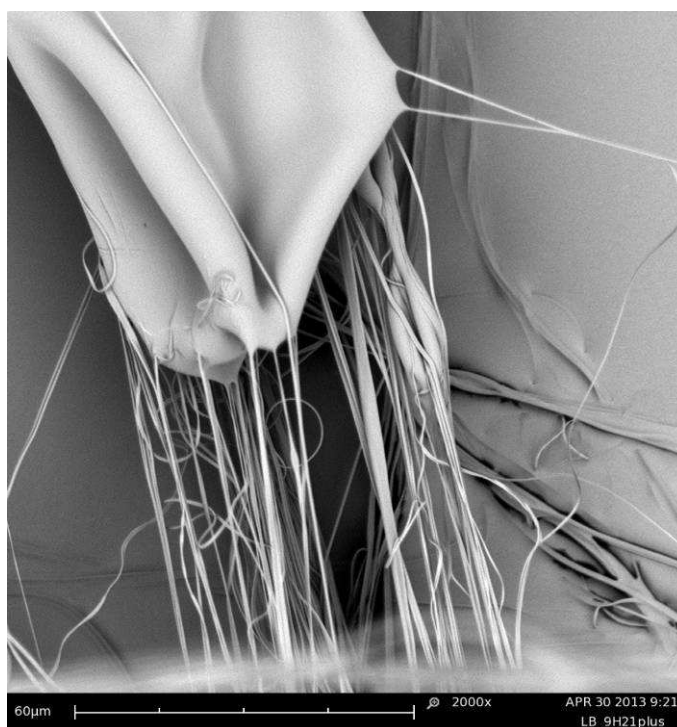


Obr. č. 29 – Nahodilá orientace vláken – odstředivé zvlákňování. Vláknna jsou náhodně orientována. Objevují se defekty ve formě kapiček.

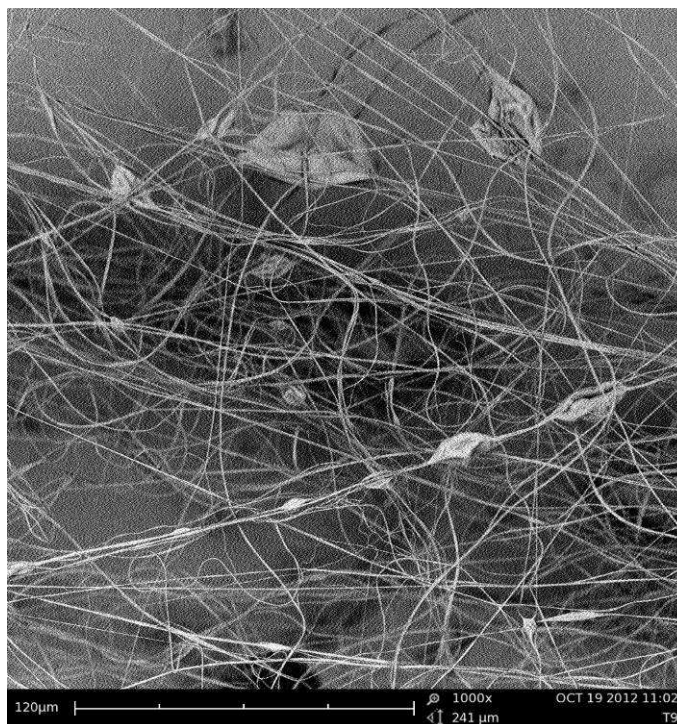
Při odstředivém zvlákňování se tvoří spolu s vlákny také spousta defektů, což je jednak dáno Rayleighovou – Taylorovou nestabilitou a pak velmi jednoduchým způsobem

zvlákňování. Občas se při kapání polymerního roztoku na zvlákňovací disk kapalina rozstříkne do okolí. To je i díky tomu, že se na něm během zvlákňování vytvořil film. Většinou se tak děje při použití méně koncentrovaných roztoků (8 %, 9 %) a nebo naopak u roztoků více koncentrovaných (14 %, 15 %), protože se při jejich zvlákňování vytvoří film na válečku ve větší vrstvě. Následkem rozstříknutého polymeru pak dojde ke slepení více vláken dohromady. U nejméně koncentrovaných roztoků můžeme také sledovat častější výskyt kapiček.

Pokud bychom porovnávali vliv Rayleighovy - Taylorovy nestability u vláken vytvořených elektrostatickým a odstředivým způsobem, můžeme vidět, že z kapiček u odstředivého zvlákňování vychází více svazků vláken, viz obr. č. 30, č. 31 a č. 32. U elektrostatického zvlákňování se tvoří pouze na jednom vláknu.



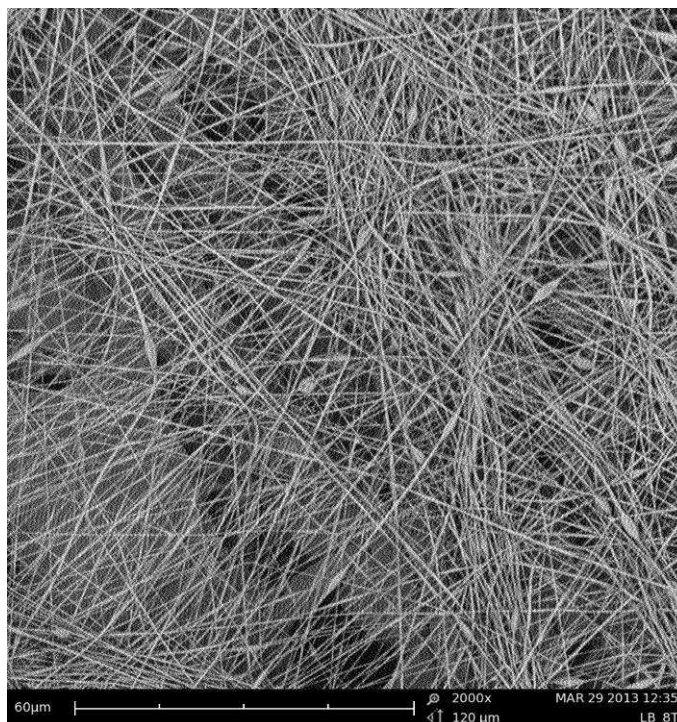
Obr. č. 30 – R - T nestabilita – odstředivé zvlákňování – detail. Z obrázku je zřejmé, že z kapiček vychází desítky vláken. U elektrostatického zvlákňování vychází vlákno jedno.



Obr. č. 31 – R -T nestabilita 1. Vrstva náhodně orientovaných vláken, v popředí lze sledovat průběh R – T nestability.



Obr. č. 32 - R - T nestabilita 2. V tomto případě se jedná o vlákna vyrobená na zařízení FiberLab L1000. I zde lze pozorovat projev R – T nestability, kdy z kapiček vychází dvě rýhovaná vlákna. Také v případě vláken zvlákněných speciální spinneretou se můžeme setkat s velkou variabilitou průměrů vláken.



Obr. č. 33 – R-T nestabilita – elektrostatické zvlákňování. U elektrostaticky zvlákněných vláken lze pozorovat rovnoměrnější průměry vláken. V tomto případě vlákna sledují orientaci vláken na podkladu – černém papíru.

Na obr. č. 33 je snímek Rayleigh – Taylorovy nestability u elektrostaticky zvlákněných vláken. Další snímky jsou uvedeny v *Příloze*.

5 Závěr

Pro představení méně tradičního postupu výroby polymerních nanovláken, tedy odstředivého zvlákňování, bylo v teoretické části uvedeno několik různých přístupů, včetně kombinace s elektrostatickým zvlákňováním. Rozdíly mezi oběma technologiemi jsou často diskutovány, ale podrobnějších studií zatím neexistuje mnoho. Experimentální část se zaměřila právě na studium jednoho typu polymerního roztoku (polyvinylbutyralu v ethanolu) v různých koncentracích pro obě tyto technologie výroby polymerních nanovláken s důrazem samozřejmě na technologii odstředivého zvlákňování. Téměř všechny vzorky se podařilo zvláknit při různých obvodových rychlostech na laboratorním zařízení a na FiberLab L1000 ve společnosti Pardam. Pro porovnání morfologie získaných vláken byla série polymerních roztoků zvlákňována i elektrostaticky z volné hladiny – z tyčinky. Zkoumání bylo podrobeno celkem 77 vzorků, které byly vyrobeny různými způsoby.

U vláken byla sledována jejich „ochota“ ke zvlákňování, morfologie, průměry vláken a defekty. U všech polymerních roztoků, které se podařilo odstředivě zvláknit, byla patrná závislost koncentrace vláken na velikosti průměrů a na výskytu defektů ve formě polymerních kapiček (perliček). Bylo potvrzeno, že se zvyšující se koncentrací se zvyšuje průměr vláken a také jejich variabilita. Stejný trend lze pozorovat i u vláken zvlákňovaných elektrostatickým způsobem, pouze s tím rozdílem, že variabilita není tak extrémní. U odstředivě zvlákňovaných vláken se pohybují průměry mezi 80 nm až $6\text{ }\mu\text{m}$, samozřejmě u různých polymerů. Oproti tomu, u elektrostatických vláken mezi 100 nm až téměř $3\text{ }\mu\text{m}$.

Ze série polymerních roztoků nejlépe zvlákňovaly roztoky o koncentracích $11\text{ }\%$, $12\text{ }\%$ a $13\text{ }\%$. U těchto polymerních roztoků se podařilo vytvořit velkou vrstvu vláken, která neobsahovala tolik defektů, jako vlákna o nižších koncentracích (kapičky). U koncentrací $11\text{ }\%$ a $12\text{ }\%$ se neprojevovala tak výrazná variabilita v rozměrech průměrů vláken jako v případě nejvíce koncentrovaných polymerních roztoků ($14\text{ }\%$, $15\text{ }\%$). Také v případě elektrostatického zvlákňování se u těchto koncentrací podařilo vytvořit největší vrstvy vláken.

Výhodu odstředivého zvlákňování představuje velmi jednoduchý princip vzniku vláken, kdy k jejich výrobě nejsou zapotřebí žádná nákladná zařízení. Někdo by mohl namítat, že technologií odstředivého zvlákňování nelze získat stejnoměrná vlákna s minimem defektů a požadovanou orientací, možná i proto stála tato technologie dlouhou dobu

v pozadí zájmů. I přesto lze tímto způsobem vyrábět vlákna v nanometrových rozměrech, sice s větší variabilitou, ale to nebrání jejich použití třeba ve zdravotnických aplikacích.

6 Seznam literatury

- [1] Forcespinning: An important advancement in Nanofibers Production. In: www.tapi.org [online]. 2011 [cit.2013-05-18]. Dostupné z: <http://www.tappi.org/Downloads/Conference-Papers/2011/2011-Innovation-Nonwovens-Conference/11NET05.aspx>
- [2] Bezpečná nanovlákná. *Chemické Listy* [online]. 2009, č. 103 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/2009_12_1009-1016.pdf
- [3] Forcespinning. *FibeRio Technology Corporation* [online]. 2011 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://fiberiotech.com/technology/forcespinning/>
- [4] How It Works. *FibeRio Technology Corporation* [online]. 2011 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://fiberiotech.com/technology/how-it-works/espinning/>
- [5] Vazquez, B., et al.: Preparation and Characterization of Polyvinylidene Fluoride Nanofibrous Membranes by Forcespinning, *Polym Eng Sci*, Vol.52, pg. 2260 - 2265 (2011).
- [6] Sarkar, K., et al.: Electrospinning to Forcespinning, *Materials today*, Vol.13,pg. 12 - 14 (2010).
- [7] Nanofiber Research. *FibeRio Technology Corporation* [online]. 2011 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://fiberiotech.com/technology/nanofiber-research/>
- [8] Badrossamay, M., R.: Nanofiber Assembly by Rotary Jet-Spinning, *Nano Letters*, Vol. 10, pg. 2257 – 2261 (2010)
- [9] Padron, S., et al.: Production and Characterization of Hybrid BEH-PPV/PEO Conjugated Polymer Nanofibers by Forcespinning, *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol.125, pg. 3610 - 3616 (2011).
- [10] Technologie. *Pardam* [online]. 2010 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://www.pardam.cz/en/technology>
- [11] Produkty. *Pardam* [online]. 2010 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://www.pardam.cz/en/products>
- [12] *A simple model for nanofiber formation by rotary jet-spinning* [online]. 2011 [cit. 2013-05-11]. ISSN 10077-3118. Dostupné z: <http://diseasebiophysics.seas.harvard.edu/pdfs/038-2011NovApplPhysLett.pdf1/1/CTF09a5.pdf>
- [13] Weitz, R., et al.: Polymer Nanofibers via Nozzle-Free Centrifugal Spinning, *Nano Letters*, Vol.8, No.4, pg. 1187 - 1191 (2008)
- [14] *Centrifugal spinning of nanofiber webs - A parameter study of a novel spinning process* [online]. 2009 [cit. 2013-05-11]. ISSN 1404-2487. Dostupné z: <http://bada.hb.se/bitstream/2320/5861/1/CTF09a5.pdf>

- [15] *A comparative study of jet formation and nanofiber alignment in electrospinning and electrocentrifugal spinning systems* [online]. 2011 [cit. 2013-05-11]. ISSN 0304-3886. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304388611001380>
- [16] Fluoropolymers – PVDF. *FibeRio Technology Corporation* [online]. 2011 [cit. 2013-05-18]. Dostupné z <http://fiberiotech.com/pvdf/>
- [17] McEachin, Z. and Lozano, K.: Production and Characterization of Polycaprolactone Nanofibers via Forcespinning Technology, *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol.126, pg. 473 - 479 (2011)
- [18] Polyolefins – Polypropylene. *FibeRio Technology Corporation* [online]. 2011 [cit. 2013-05-18]. Dostupné z <http://fiberiotech.com/polypropylene/>
- [19] Přednášky *Polymery*.2011.
- [20] Polyvinyl butyral. *Dictionary.com* [online]. 2013 [cit. 2013-05-11]. Dostupné z: <http://dictionary.reference.com/browse/polyvinyl+butyral>
- [21] Mowital. *Kuraray Europe GmbH* [online]. 2012 [cit. 2013-05-12]. Dostupné z: http://www.kuraray.eu/fileadmin/Downloads/mowital/TDS_Mowital_EN.pdf
- [22] Polyvinyl butyral (PVB) resins for secure bonding. *Kuraray Europe GmbH* [online]. 2012 [cit. 2013-05-12]. Dostupné z: <http://www.kuraray.eu/en/produkte/product-groups/polyvinyl-butyral/>

Seznam obrázků

- Obr. č. 1 - Ukázka vláken z PVDF vyrobených odstředivým zvlákňováním
- Obr. č. 2 – FiberLab L1000
- Obr. č. 3 – Detail spinnerety 1
- Obr. č. 4 – Detail spinnerety 2
- Obr. č. 5 – Detail spinnerety 3
- Obr. č. 6 - Ukázka kolektoru (spaceru) 1
- Obr. č. 7 – Ukázka kolektoru (spaceru) 2
- Obr. č. 8 - Ukázka kolektoru (spaceru) 3
- Obr. č. 9 – Zařízení Rotary Jet Systém
- Obr. č. 10 - Schéma pro odstředivé zvlákňování bez použití trysek
- Obr. č. 11 – Detail tenkého filmu
- Obr. č. 12 – Detail jednotlivých oblastí
- Obr. č. 13 – Zařízení pro výrobu nanovláken elektro-odstředivým způsobem – ISF Swerea
- Obr. č. 14 – Detail disku ze zařízení pro elektro-odstředivé zvlákňování
- Obr. č. 15 – Zařízení pro elektro-odstředivé zvlákňování na Isfahan University of Technology
- Obr. č. 16 – Kapičky (perličky)
- Obr. č. 17 – Díra
- Obr. č. 18 – Provazy
- Obr. č. 19 – Strukturní vzorec polyvinylbutyralu
- Obr. č. 20 - Zařízení pro odstředivé zvlákňování na KNT FT TUL
- Obr. č. 21 - Elektromotor na zařízení pro odstředivé zvlákňování na KNT FT TUL
- Obr. č. 22- Zvlákňovací disk
- Obr. č. 23 - Povrchové napětí Mowital B 60 H
- Obr. č. 24 – Povrchové napětí – Mowital B 60 T
- Obr. č. 25 – Film na zvlákňovacím válečku
- Obr. č. 26 – Rýhování vláken – odstředivé zvlákňování
- Obr. č. 27 – Rýhování vláken – elektrostatické zvlákňování
- Obr. č. 28 – Urovnaná vlákenná vrstva – odstředivé zvlákňování
- Obr. č. 29 – Nahodilá orientace vláken – odstředivé zvlákňování
- Obr. č. 30 – R – T nestabilita – odstředivé zvlákňování – detail

Obr. č. 31 – R – T nestabilita 1

Obr. č. 32 – R – T nestabilita 2

Obr. č. 33 - R – T nestabilita – elektrostatické zvlákňování

Seznam tabulek

- Tab. č. 1 – Odstředivé zvlákňování – zvlákněné materiály 1
- Tab. č. 2 – Odstředivé zvlákňování – zvlákněné materiály 2
- Tab. č. 3 – Kalibrace otáček na laboratorním zařízení
- Tab. č. 4 – Připravené roztoky PVB v ethanolu
- Tab. č. 5 – Obvodové rychlosti zvlákňování
- Tab. č. 6 – Průběh odstředivého zvlákňování při $v = 22$ m/
- Tab. č. 7 – Průběh odstředivého zvlákňování při $v = 41,89$ m/s
- Tab. č. 8 – Průběh odstředivého zvlákňování při $v = 58,64$ m/s
- Tab. č. 9 – Tvorba vláken při $v = 41,89$ m/s
- Tab. č. 10 – Tvorba vláken při $v = 58,64$ m/s
- Tab. č. 11 – Průměry vláken – odstředivé zvlákňování při různých rychlostech – Mowital B 60 H
- Tab. č. 12 – Průměry vláken – odstředivé zvlákňování při různých rychlostech – Mowital B 60 T
- Tab. č. 13 – Odstředivé zvlákňování – FiberLab L 1000
- Tab. č. 14 – Hodnoty kritického napětí při elektrostatickém zvlákňování 1
- Tab. č. 15 – Hodnoty kritického napětí při elektrostatickém zvlákňování 2
- Tab. č. 16 – Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování Mowital B 60 H
- Tab. č. 17 – Průměry vláken z elektrostatického zvlákňování Mowital B 60 T

Seznam grafů

- Graf č. 1 – Viskozity v závislosti na koncentraci polymeru – Mowital B 60 H
- Graf č. 2 – Viskozity v závislosti na koncentraci polymeru – Mowital B 60 T
- Graf č. 3 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken při různých rychlostech – Mowital B 60 H
- Graf č. 4 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken při různých rychlostech – Mowital B 60 T
- Graf č. 5 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken – FiberLab L1000
- Graf č. 6 – 95% IS střední hodnoty průměrů vláken – elektrostatické zvlákňování
- Graf č. 7 - Střední hodnoty průměrů vláken zvlákněnými elektrostaticky a odstředivě při různých rychlostech a koncentracích polymerních roztoků

Příloha

Relativní četnost zastoupení průměrů vláken Mowital B 60 H, $v = 22$ m/s

$n_{jd}-n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken					
	9hm. %	10hm. %	11hm. %	12hm. %	14 hm. %	15hm. %
0 - 200	0,01	0,01	0,14	0,04	0,00	0,00
200 - 400	0,50	0,30	0,31	0,26	0,12	0,10
400 - 600	0,46	0,30	0,34	0,45	0,25	0,22
600 - 800	0,02	0,21	0,09	0,16	0,20	0,25
800 - 1000	0,00	0,13	0,08	0,05	0,18	0,07
1000-1200	0,01	0,03	0,02	0,01	0,05	0,08
1200-1400	0,00	0,00	0,01	0,02	0,08	0,12
1400-1600	0,00	0,02	0,01	0,00	0,02	0,02
1600-1800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04
1800-2000	0,00	0,00	0,00	0,01	0,04	0,05
2000-2200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04
2200-2400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00
2400-2600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2600-2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
2800-3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Relativní četnost zastoupení průměrů vláken Mowital B 60 H, $v = 41,89$ m/s

$n_{jd} - n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]							
	8hm. %	9hm. %	10hm. %	11hm. %	12hm. %	13hm. %	14hm. %	15hm. %
0 - 200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00
200 - 400	0,04	0,07	0,13	0,04	0,11	0,08	0,06	0,00
400 - 600	0,31	0,36	0,27	0,17	0,24	0,27	0,14	0,06
600 - 800	0,42	0,32	0,25	0,25	0,13	0,19	0,24	0,08
800 - 1000	0,12	0,16	0,22	0,23	0,06	0,17	0,17	0,13
1000 - 1200	0,08	0,05	0,09	0,14	0,11	0,09	0,09	0,14
1200 - 1400	0,03	0,03	0,03	0,06	0,06	0,06	0,13	0,14
1400 - 1600	0,00	0,01	0,01	0,04	0,09	0,04	0,01	0,16
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,04	0,09	0,05	0,05	0,10
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	0,04	0,03	0,03
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04	0,00	0,05	0,06
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,03	0,03
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,03
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01

Relativní četnost zastoupení průměrů vláken – Mowital B 60 H, $v = 58,64$ m/s

$n_{jd}-n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]							
	8hm. %	9hm. %	10hm. %	11hm. %	12hm. %	13hm. %	14hm. %	15hm. %
0 - 200	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
200 - 400	0,24	0,17	0,14	0,03	0,06	0,02	0,01	0,01
400 - 600	0,39	0,50	0,40	0,22	0,38	0,09	0,06	0,12
600 - 800	0,20	0,21	0,24	0,41	0,20	0,27	0,28	0,14
800 - 1000	0,11	0,07	0,12	0,22	0,16	0,23	0,26	0,15
1000 - 1200	0,04	0,03	0,08	0,05	0,14	0,08	0,10	0,08
1200 - 1400	0,01	0,01	0,02	0,03	0,01	0,14	0,09	0,16
1400 - 1600	0,01	0,00	0,00	0,03	0,02	0,13	0,06	0,08
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02	0,05	0,04
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,02
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,03	0,08
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,03	0,06
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,03

Relativní četnosti zastoupení průměrů vláken Mowital B 60 T, $v = 22$ m/s

$n_{jd}-n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]		
	9hm. %	12hm. %	15hm. %
1 - 200	0,03	0,00	0,00
200 - 400	0,48	0,09	0,07
400 - 600	0,34	0,34	0,05
600 - 800	0,08	0,20	0,15
800 - 1000	0,04	0,15	0,11
1000-1200	0,02	0,12	0,09
1200-1400	0,00	0,02	0,08
1400-1600	0,01	0,01	0,14
1600-1800	0,00	0,02	0,04
1800-2000	0,00	0,01	0,07
2000-2200	0,00	0,02	0,06
2200-2400	0,00	0,00	0,02
2400-2600	0,00	0,01	0,01
2600-2800	0,00	0,00	0,03
2800-3000	0,00	0,00	0,01
nad 3000	0,00	0,01	0,07

Relativní zastoupení průměrů vláken – Mowital B 60 T, v = 41,89 m/s

n_{jd}-n_{jh} [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]							
	8hm.%	9hm.%	10hm.%	11hm.%	12hm.%	13hm.%	14hm.%	15hm.%
0 - 200	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00
200 - 400	0,31	0,07	0,13	0,04	0,02	0,15	0,00	0,05
400 - 600	0,42	0,36	0,27	0,17	0,22	0,32	0,20	0,19
600 - 800	0,12	0,32	0,25	0,25	0,15	0,34	0,04	0,34
800 - 1000	0,08	0,16	0,22	0,23	0,18	0,07	0,00	0,13
1000 - 1200	0,03	0,05	0,09	0,14	0,13	0,02	0,03	0,01
1200 - 1400	0,00	0,03	0,03	0,06	0,09	0,01	0,10	0,01
1400 - 1600	0,00	0,01	0,01	0,04	0,01	0,02	0,14	0,04
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,04	0,02	0,00	0,14	0,03
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,09	0,09
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,02	0,03	0,00	0,11	0,04
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,05	0,03	0,03	0,00
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,02	0,00	0,02
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04
nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,06	0,00	0,12	0,00

Relativní četnost zastoupení průměrů vláken – Mowital B 60 T, v = 58,64 m/s

n_{jd} – n_{jh} [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [nm]							
	8hm.%	9hm.%	10hm.%	11hm.%	12hm.%	13hm.%	14hm.%	15hm.%
0 -200	0,22	0,11	0,05	0,01	0,02	0,01	0,00	0,00
200 - 400	0,61	0,59	0,41	0,24	0,18	0,04	0,06	0,01
400 - 600	0,13	0,28	0,33	0,31	0,31	0,27	0,10	0,17
600 - 800	0,04	0,20	0,16	0,26	0,18	0,32	0,26	0,22
800 -1000	0,00	0,00	0,02	0,08	0,15	0,10	0,20	0,22
1000 -1200	0,00	0,00	0,03	0,05	0,08	0,08	0,15	0,08
1200 -1400	0,00	0,00	0,00	0,03	0,04	0,07	0,05	0,12
1400 -1600	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02	0,03	0,07	0,07
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04	0,02
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,03
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04	0,02
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00

**Relativní četnost zastoupení průměrů vláken – FiberLab L1000,
obvodová rychlost 5000 ot/min (41,89 m/s)**

n_{jd}-n_{jh} [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]					
	9hm.%	10hm.%	11hm.%	12hm.%	13hm.%	15hm.%
0 - 200	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00
200 - 400	0,17	0,20	0,14	0,01	0,09	0,02
400 - 600	0,42	0,34	0,26	0,21	0,20	0,14
600 - 800	0,16	0,22	0,11	0,27	0,17	0,38
800 - 1000	0,09	0,11	0,19	0,18	0,17	0,23
1000 - 1200	0,09	0,06	0,07	0,12	0,23	0,05
1200 - 1400	0,02	0,05	0,11	0,03	0,08	0,10
1400 - 1600	0,03	0,00	0,05	0,05	0,03	0,04
1600 - 1800	0,01	0,01	0,02	0,00	0,01	0,03
1800 - 2000	0,00	0,00	0,02	0,03	0,02	0,00
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
2200 - 2400	0,01	0,00	0,02	0,06	0,00	0,00
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,00

**Relativní četnost zastoupení průměrů vláken –FiberLab L1000,
obvodová rychlost 7000 ot/min (58,64 m/s)**

n_{jd}-n_{jh} [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]				
	9hm.%	10hm.%	11hm.%	12hm.%	13hm.%
0 - 200	0,01	0,00	0,00	0,01	0,00
200 - 400	0,16	0,13	0,03	0,06	0,07
400 - 600	0,37	0,35	0,18	0,11	0,15
600 - 800	0,22	0,12	0,21	0,15	0,18
800 - 1000	0,10	0,24	0,21	0,23	0,29
1000 - 1200	0,07	0,06	0,13	0,20	0,10
1200 - 1400	0,00	0,06	0,08	0,08	0,03
1400 - 1600	0,01	0,02	0,04	0,07	0,03
1600 - 1800	0,03	0,01	0,06	0,03	0,04
1800 - 2000	0,01	0,01	0,05	0,00	0,04
2000 - 2200	0,00	0,00	0,01	0,04	0,00
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04
2800 - 3000	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
nad 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01

Relativní četnost zastoupení průměrů vláken Mowital B 60 H z elektrostatického zvlákňování

$n_{jd}-n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]							
	8hm. %	9hm. %	10hm. %	11hm. %	12hm. %	13hm. %	14hm. %	15hm. %
0 - 200	0,00	0,03	0,03	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01
200 - 400	0,28	0,72	0,53	0,44	0,29	0,19	0,21	0,12
400 - 600	0,50	0,18	0,37	0,49	0,50	0,46	0,38	0,41
600 - 800	0,20	0,06	0,07	0,06	0,17	0,20	0,24	0,34
800 - 1000	0,02	0,01	0,00	0,00	0,02	0,14	0,07	0,05
1000 - 1200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,04	0,02
1200 - 1400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,02
1400 - 1600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02

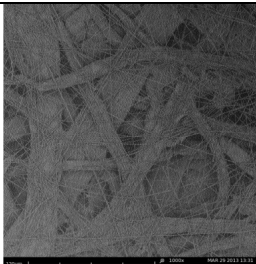
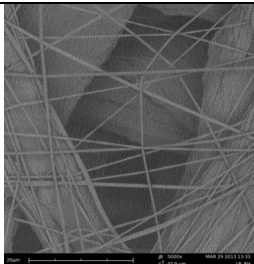
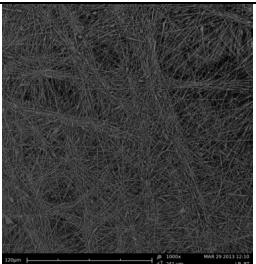
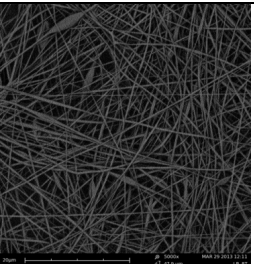

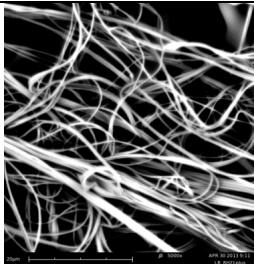
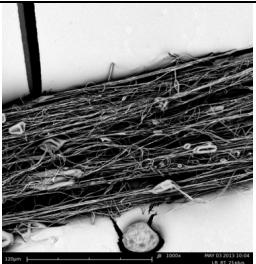
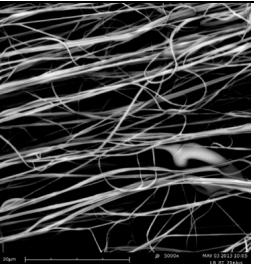
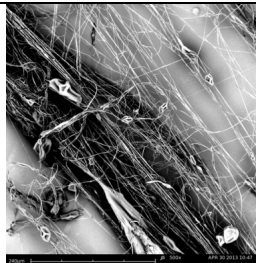
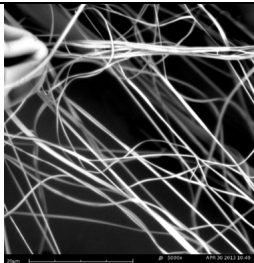

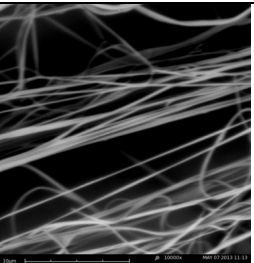
Relativní četnost zastoupení průměrů vláken Mowital B 60 T z elektrostatického zvlákňování

$n_{jd} - n_{jh}$ [nm]	Relativní četnost zastoupení průměrů vláken [%]							
	8hm. %	9hm. %	10hm. %	11hm. %	12hm. %	13hm. %	14hm. %	15hm. %
0 - 200	0,03	0,02	0,00	0,03	0,00	0,02	0,00	0,00
200 - 400	0,80	0,62	0,40	0,30	0,07	0,07	0,00	0,00
400 - 600	0,16	0,27	0,52	0,45	0,39	0,31	0,07	0,02
600 - 800	0,01	0,05	0,08	0,18	0,26	0,42	0,11	0,11
800 - 1000	0,00	0,03	0,00	0,02	0,24	0,15	0,16	0,09
1000 - 1200	0,00	0,00	0,00	0,02	0,04	0,02	0,20	0,11
1200 - 1400	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01	0,11	0,18
1400 - 1600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,23
1600 - 1800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,06	0,10
1800 - 2000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,08
2000 - 2200	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,05	0,02
2200 - 2400	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,03
2400 - 2600	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02
2600 - 2800	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2800 - 3000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01

8 hm. %

Mowital B 60 H

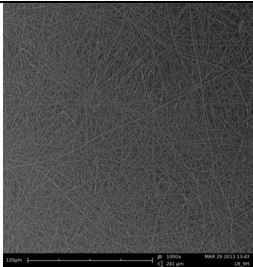
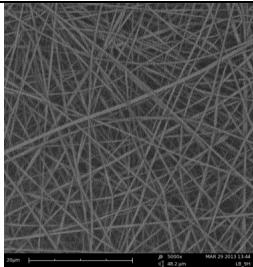
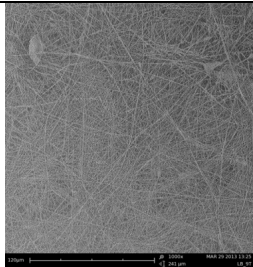
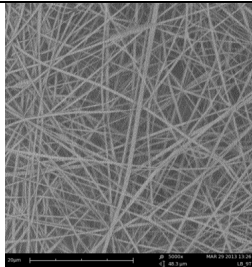
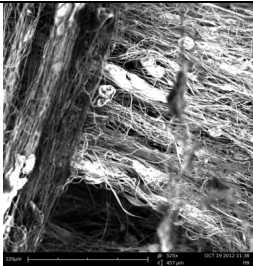
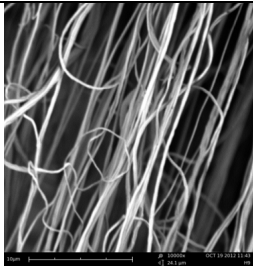
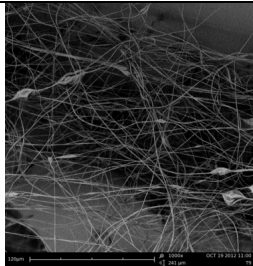
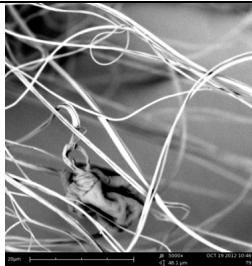

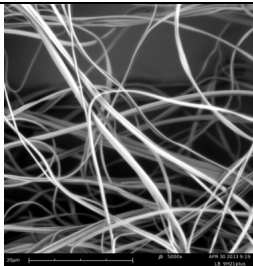
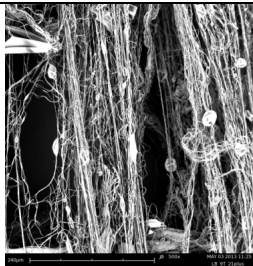
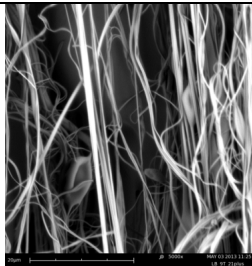
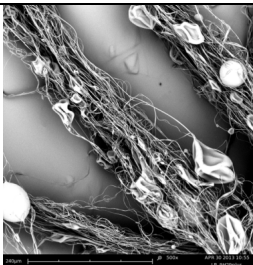
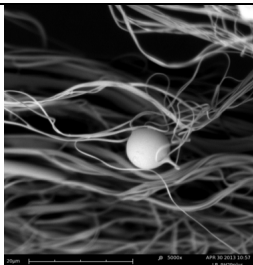
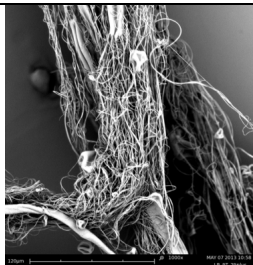
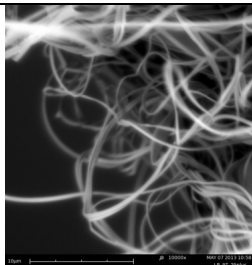

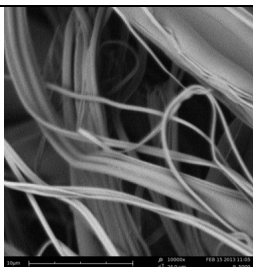
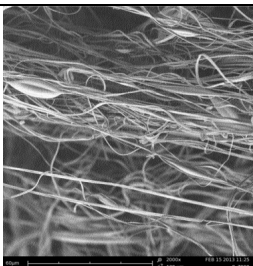
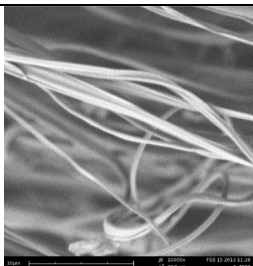
Mowital B 60 T

			
El. stat. – 1000x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.	El. stat. – 1000x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.
L – 22 m/s – nepodařilo se získat vlákna			
			
L – 42 m/s – 500x zv.	L – 42 m/s – 5000x zv.	L – 42 m/s – 1000x zv.	L – 42 m/s – 5000x zv.
			
L – 58 m/s – 500x zv.	L – 58 m/s – 5000x zv.	L – 58 m/s – 500x zv.	L – 58 m/s – 10000x zv.
P – 42 m/s – nebyly zvlákňovány			
P – 58 m/s – nebyly zvlákňovány			

9 hm. %

Mowital B 60 H

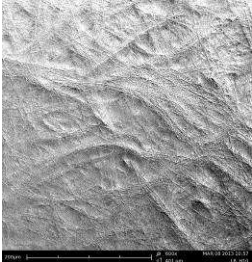
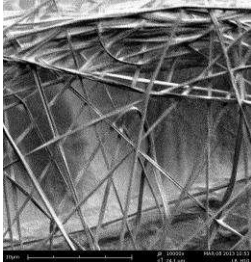
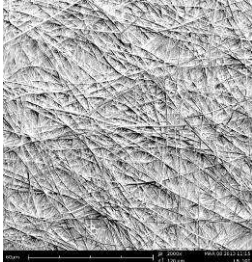

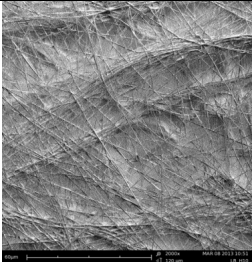
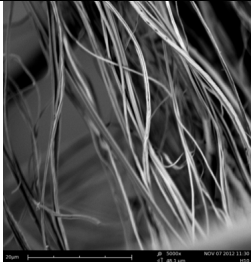
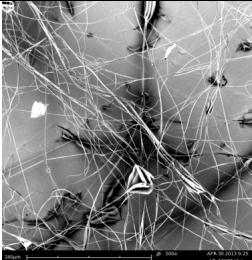
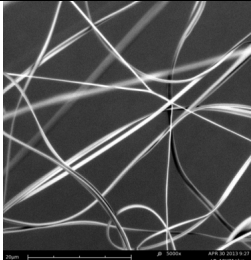
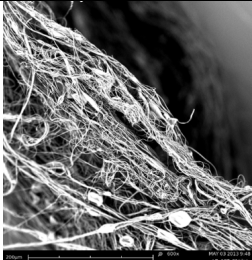
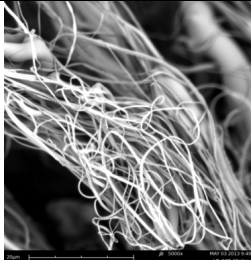

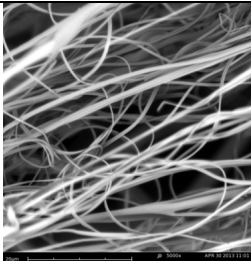
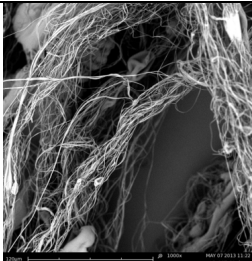

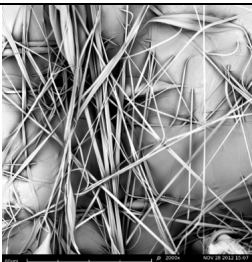
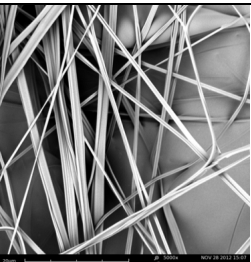
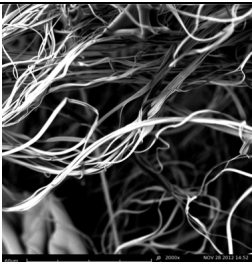
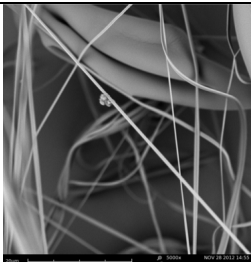
Mowital B 60 T

			
El. stat. – 1000x zv.	El. stat. – 5000x zv.	El. stat. – 1000x zv.	El. stat. – 5000x zv.
			
L - 22m/s – 525x zv.	L - 22m/s – 10000x zv.	L - 22m/s – 1000x zv.	L - 22m/s – 5000x zv.
			
L - 42 m/s – 500 x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s – 1000x zv.	L - 58 m/s – 10000x zv
		P – 42 m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 500x zv.	P - 42 m/s – 10000x zv		
		P – 58 m/s-nebyly zvlákňovány	
P - 58 m/s – 2000x zv.	P - 58 m/s – 10000x zv		

10 hm. %

Mowital B 60 H

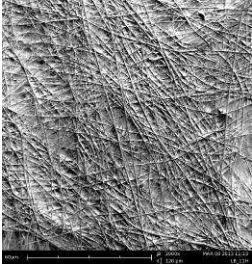
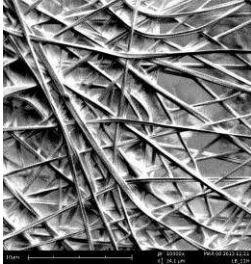
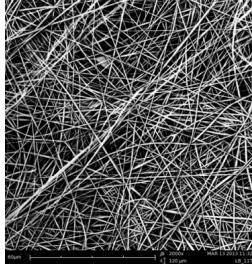
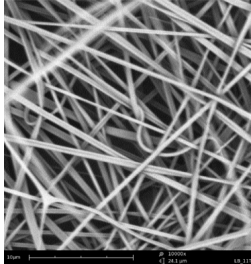
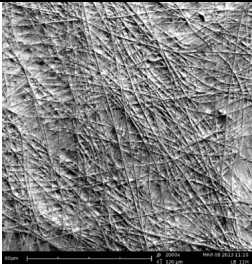
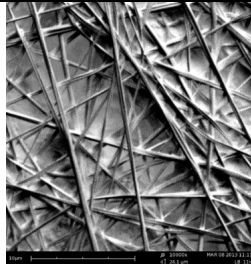

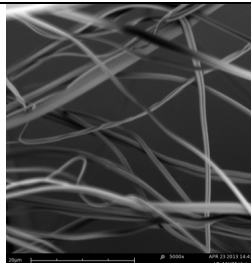
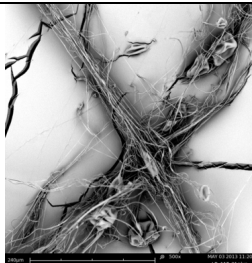
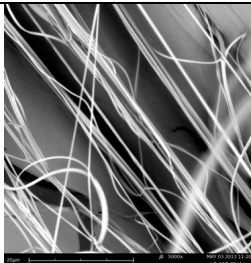
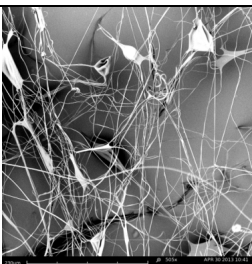
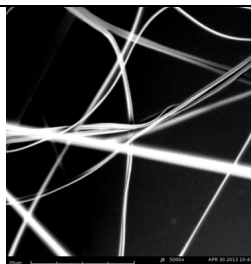

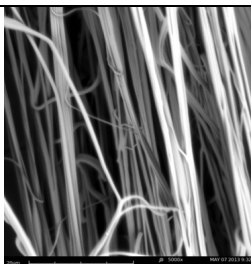
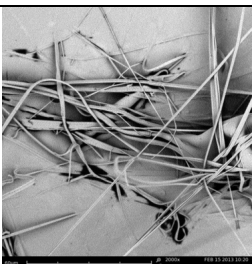
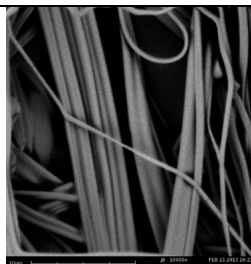
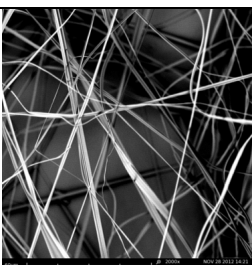
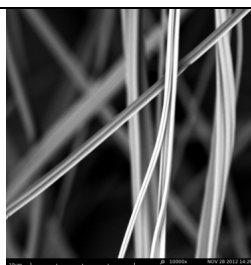
Mowital B 60 T

			
El.Stat. - 200x zv.	El.Stat. - 10000x zv	El.Stat. - 2000 x zv.	El.Stat. - 5000 x zv.
		L - 22 m/s – nepodařilo se vytvořit dostatečnou vláknennou vrstvu pro měření vláken	
L - 22m/s – 2000x zv.	L - 22m/s – 5000x zv.		
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 600x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s - 1000x zv.	L - 58 m/s – 10000 x z
		P - 42 m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 2000x zv.	P - 42 m/s – 5000x zv.		
		P - 58 m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 58 m/s – 2000x zv.	P - 58 m/s – 5000x zv.		

11 hm. %

Mowital B 60 H

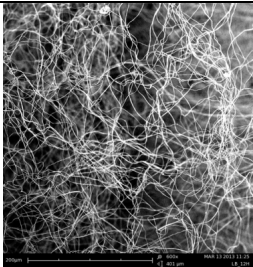
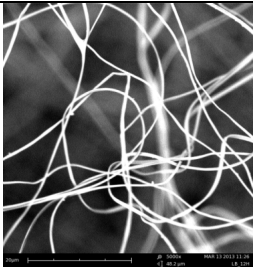
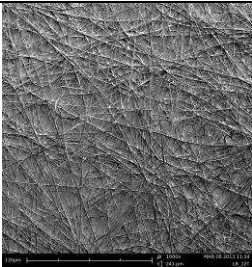
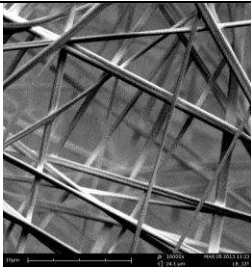
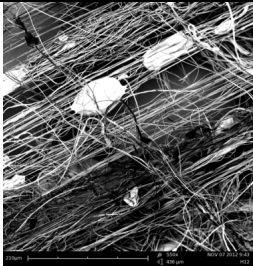
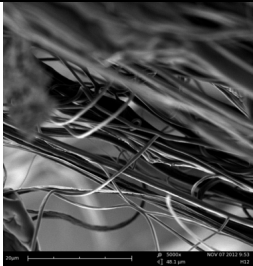
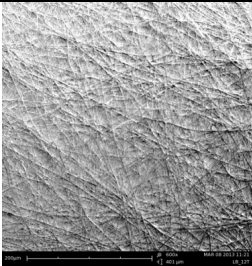
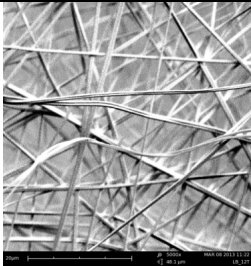
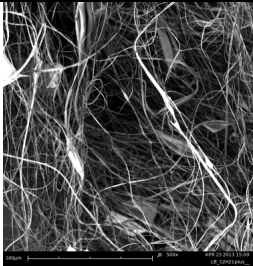
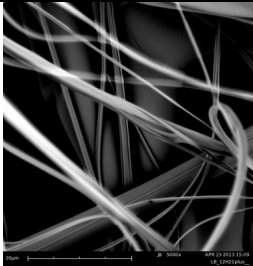

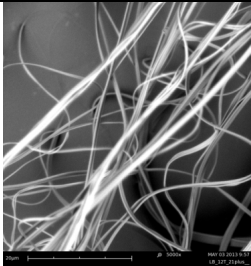
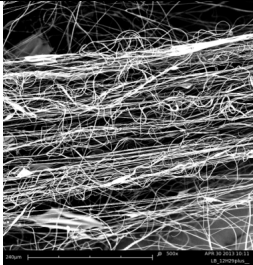
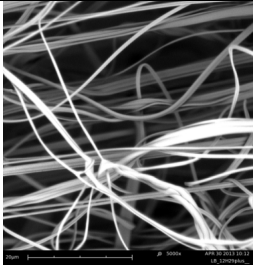

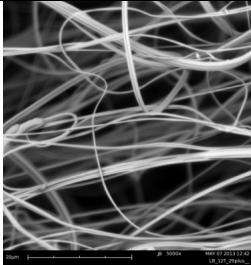
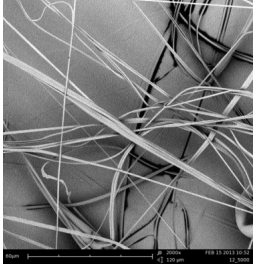
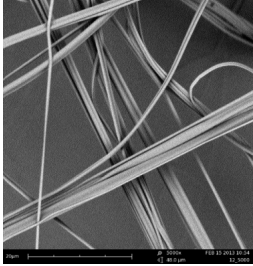

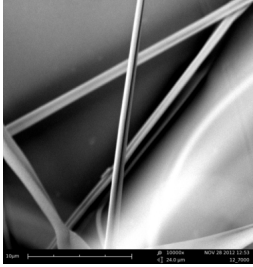
Mowital B 60 T

			
El.Stat. - 2000 x zv.	El.Stat. - 10000 x zv	El. stat. - 2000x zvět.	El. stat. - 10000x zvět.
		L - 22 m/s – nepodařilo se vytvořit dostatečnou vláknennou vrstvu	
L - 22m/s – 2000x zv.	L - 22m/s – 10000x zv.		
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.
		P - 42 m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 2000x zv.	P - 42 m/s – 10000x zv		
		P - 58 m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 58 m/s – 2000x zv.	P - 58 m/s – 10000x zv		

12 hm. %

Mowital B 60 H

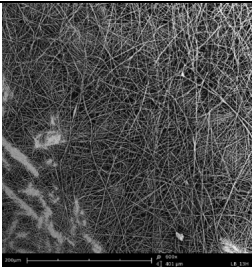
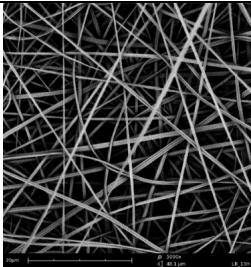
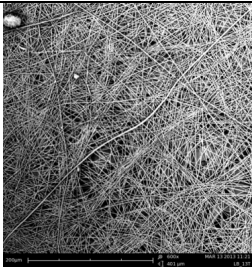
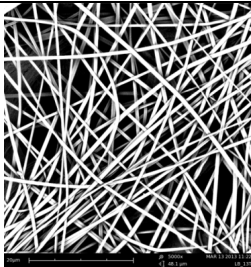

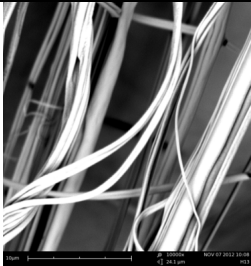
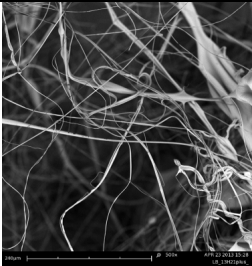
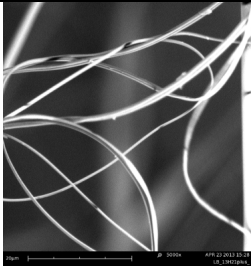

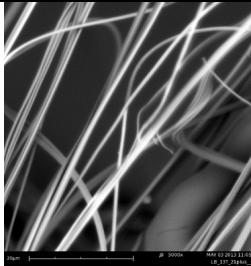

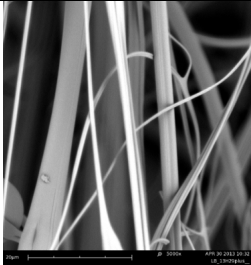
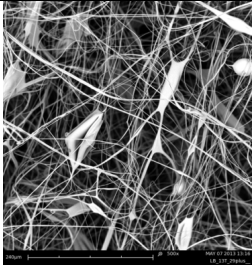
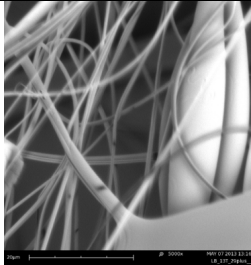
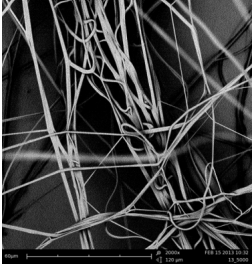
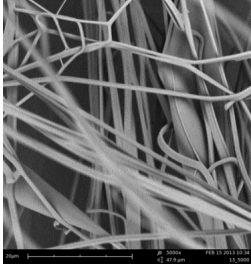
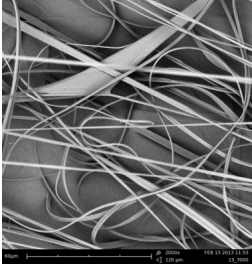
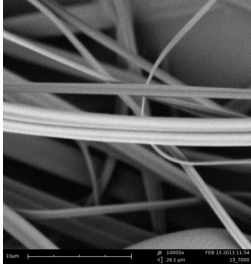
Mowital B 60 T

			
El. stat. – 600x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.	El.stat – 1000 x zv.	El.Stat. – 10000 x zv
			
L - 22m/s – 550x zv.	L - 22m/s – 5000x zv.	L - 22m/s – 600x zv.	L- 22m/s – 5000x zv.
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.
		P 42 – m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 2000x zv.	P - 42 m/s – 5000x zv.		
		P – 58 m/s nebyly zvlákňovány	
P - 58 m/s – 2000x zv.	P - 58 m/s – 10000x zv		

13 hm.%

Mowital B 60 H

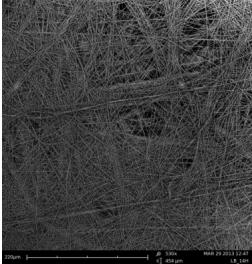
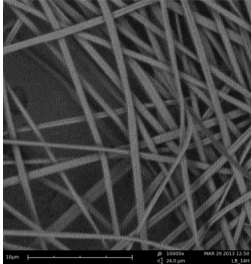
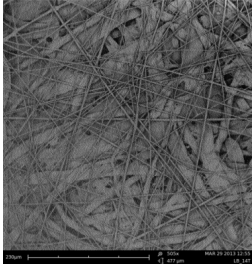
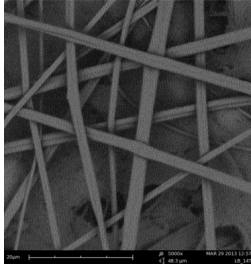
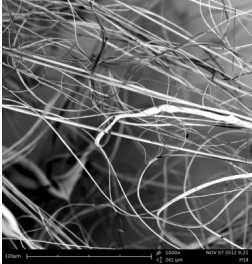
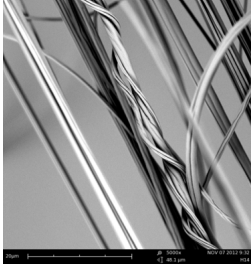
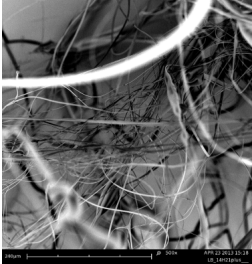
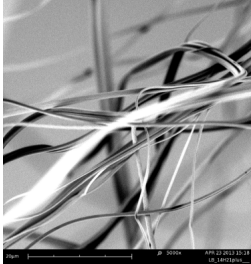
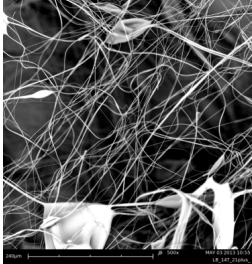
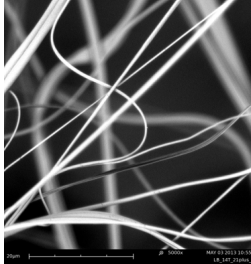
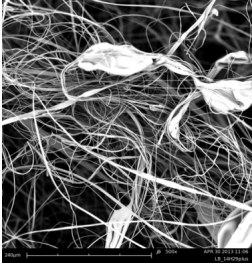
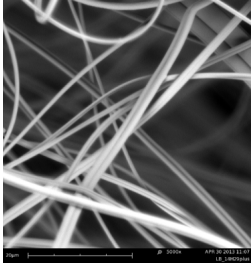
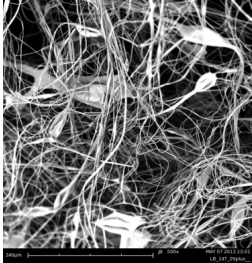
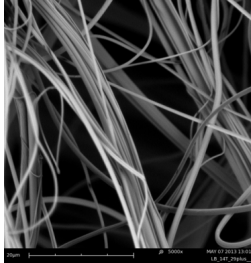
Mowital B 60 T

			
El. stat. – 600x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.	El. stat. – 600x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.
		L – 22 m/s – nepodařilo se vytvořit dostatečnou vláknennou vrstvu	
L- 22m/s – 1000x zv.	L- 22m/s – 10000x zv.		
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s -500x zv.	L - 58 m/s – 5000 zv.
		P 42 – m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 2000x zv.	P - 42 m/s – 5000x zv.		
		P – 58 m/s nebyly zvlákňovány	
P - 58 m/s – 2000x zv.	P - 58 m/s – 10000x zv		

14 hm. %

Mowital B 60 H

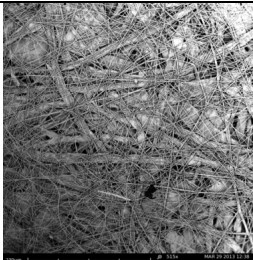
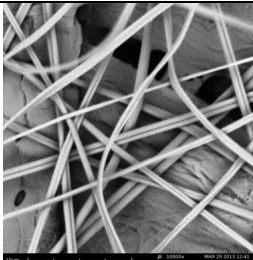
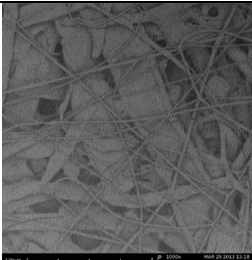
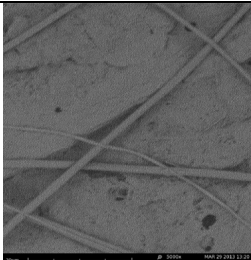
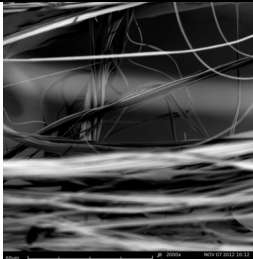
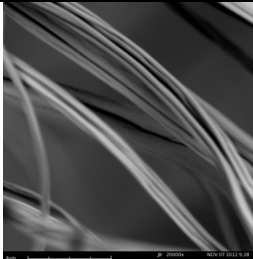

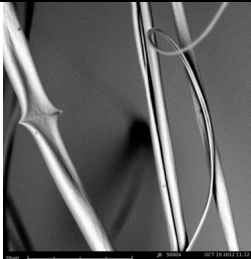
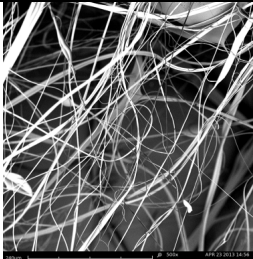
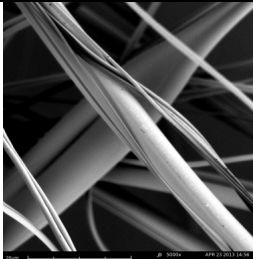
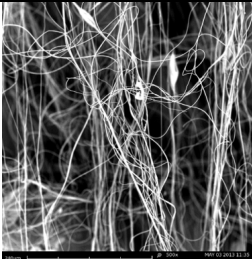
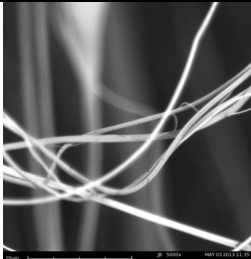
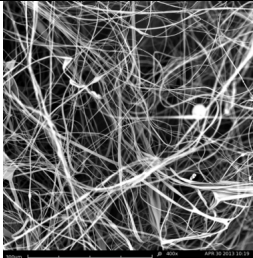
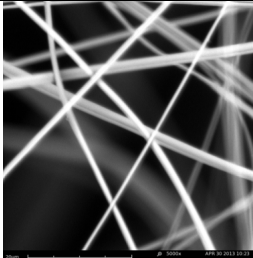
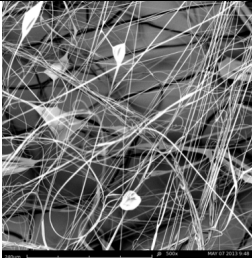
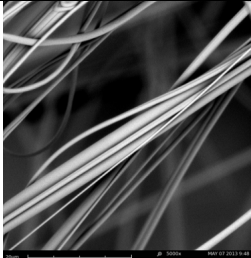
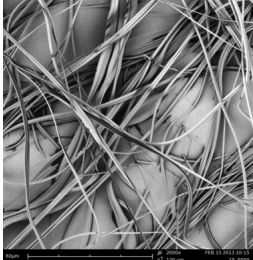
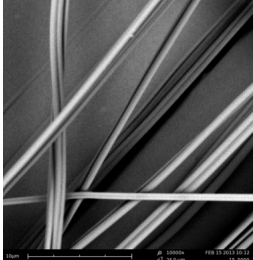
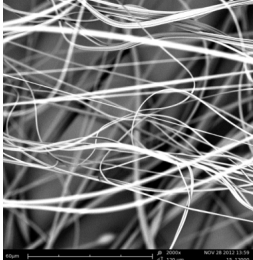
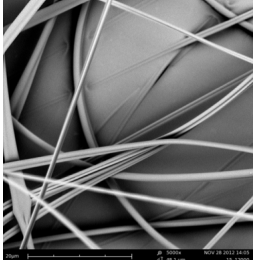
Mowital B 60 T

			
El. stat. – 530x zvět.	El. stat. – 10000x zvět.	El. stat. – 505x zvět.	El. stat. – 5000x zvět.
		L – 22 m/s – nepodařilo se vytvořit dostatečnou vláknennou vrstvu	
L- 22m/s – 1000x zv.	L- 22m/s – 5000x zv.		
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.
P 42 – m/s – nebyly zvlákňovány			
P – 58 m/s nebyly zvlákňovány			

15 hm. %

Mowital B 60 H

Mowital B 60 T

			
El. stat. – 515x zv	Elstat. - 5000x zv.	El. stat. – 1000x zv.	El. stat. – 5000x zv.
			
L - 22m/s – 2000x zv.	L - 22m/s -20000x zv.	L 22m/s – 1000x zv.	L- 22m/s – 5000x zv.
			
L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.	L - 42 m/s – 500x zv.	L - 42 m/s – 5000x zv.
			
L - 58 m/s – 400x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.	L - 58 m/s – 500x zv.	L - 58 m/s – 5000x zv.
		P 42 – m/s – nebyly zvlákňovány	
P - 42 m/s – 2000x zv.	P - 42 m/s – 10000x zv		
		P – 58 m/s nebyly zvlákňovány	
P – 100 m/s – 2000x z	P – 100 m/s – 5000x z		